

**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS  
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**UNIDAD QUERÉTARO**

**Análisis del comportamiento mecánico por nanoindentación en materiales  
ferroelásticos y su simulación por elementos finitos**

**Tesis que presenta**

**David Torres Torres**

**para obtener el Grado de**

**Doctor en Ciencias**

**en la Especialidad de**

**Materiales**



**CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y  
DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL  
INSTITUTO POLITÉCNICO  
NACIONAL**

**COORDINACIÓN GENERAL DE  
SERVICIOS BIBLIOGRÁFICOS**

**Director de la Tesis: Dr. Juan Muñoz Saldaña**

**Santiago de Querétaro, Qro.**

**Junio de 2010**

**CINVESTAV  
IPN  
ADQUISICION  
DE LIBROS**

CLASIF.:	7A404.2 767 2010
ADQUIS.:	BC-166
FECHA:	18-Julio-2011
PROCED.:	Don. 2011
	\$

11.174007 1001

## ***Dedicatoria***

*Dedico esta tesis a mi Papá y a mi Mamá, por la educación con la que aun me siguen formando, basada en el amor y el apoyo incondicional.*

*A mis hermanos Rey, Carlos y Alex, por su cariño que siempre me ha dado fuerza para salir adelante ante la adversidad.*

*A mi pareja Ale, por permitirme crecer a su lado, brindándome todo su amor y comprensión aun cuando estuve lejos.*

*Y sobre todo a Dios, por bendecirme con la compañía de cada uno de ellos.*



## **Agradecimientos**

- A mi asesor de tesis el doctor Juan Muñoz Saldaña, por brindarme sus conocimientos y consejos para mi formación como doctor en ciencias.
- A los doctores Luis Gerardo Trápaga Martínez, Francisco Javier Espinoza Beltrán, Rafael Ramírez Bon, José Martín Yáñez Limón y Francisco Ramírez Cruz, por su apoyo y aportaciones en mi trabajo, ayudando a mi formación doctoral.
- A mis compañeros del CINVESTAV, con quienes compartí gratos momentos, siendo también parte importante en mi formación como investigador y persona.
- A todo el personal académico, y auxiliares de laboratorio, por su ayuda en mi investigación, contribuyendo en este proyecto de tesis.
- Gracias al CONACyT, por la solvencia económica que me otorgó en todo el programa de posgrado.
- Al Centro Internacional para el Programa de Investigación en Materiales, que me proporcionó la beca para la estancia de investigación en la Universidad de California, Santa Barbara, EE.UU.
- A los Profesores Dr. Robert McMeeking y Dr. Carlos G. Levi, y al grupo de trabajo del Departamento de Ingeniería Mecánica y Medio Ambiente, por su apoyo durante mi estancia de investigación.



## Índice de Contenido

Resumen .....	21
1. Introducción.....	23
1.1 Objetivos .....	31
1.1.1 Objetivo general .....	31
1.1.2 Objetivos específicos.....	31
2. Marco teórico.....	33
2.1 Mecánica de contacto.....	33
2.1.1 Procedimiento de nanoindentación .....	33
2.1.2 Modelo para extraer la dureza y el módulo elástico.....	34
2.1.3 Contacto elástico por teoría de Hertz .....	37
2.1.4 Teoría para transformación de las curvas $P-h$ a la forma $P_m-a/R$ .....	39
2.1.5 Teoría de plasticidad.....	40
2.1.5.1 Indentación elástica-elastoplástica.....	40
2.1.5.2 Flujo bidimensional lateral para materiales rígidos-ideales plásticos ..	41
2.1.5.3 Flujo radial para materiales elastoplásticos (teoría de la cavidad semi- esférica o modo de compresión).....	43
2.1.5.4 Criterio de cedencia .....	49
2.1.5.5 Endurecimiento por deformación .....	51
2.1.6 Teoría de distribución de esfuerzos elásticos y elastoplásticos .....	53
2.1.7 Teoría del método de elementos finitos.....	54
2.1.8 Teoría de ferroelasticidad en cerámicos base zirconia con fase tetragonal	55
2.1.8.1 Tetragonalidad .....	55
2.1.8.2 Ferroelasticidad .....	57
2.1.9 Titanato de Bario.....	60
2.1.10 Dominios ferroeléctricos-ferroelásticos. ....	61
2.1.11 Re-direccionamiento de dominios.....	65
2.1.12 Relaciones de energía y criterio de re-direccionamiento.....	65

2.1.13	Teoría de dislocaciones y líneas de deslizamiento.....	69
2.2	Técnicas de caracterización y materiales .....	72
2.2.1	Proceso de nanoindentación.....	72
2.2.1.1	Sistema Hysitron Ubi-1.....	72
2.2.2	Microscopía AFM .....	76
2.2.2.1	Sistema Nanoscope IV Dimension 3100 .....	76
2.2.3	Microscopía SEM.....	78
2.2.4	Materiales.....	78
2.2.4.1	Material de referencia .....	78
2.2.4.2	Materiales cerámicos base zirconia .....	78
2.2.4.3	Material cerámico BaTiO <sub>3</sub> .....	79
2.3	Análisis por el método de elementos finitos.....	79
2.3.1	Modelado .....	79
2.3.1.1	Modelo 2D de indentación Berkovich (BK2) .....	79
2.3.1.2	Modelo 3D de indentación Berkovich (BK2) .....	82
2.3.1.3	Modelo 3D de indentación Berkovich (BK1) .....	84
2.3.1.4	Modelo 2D de indentación Esferocónica .....	86
2.3.1.5	Modelo 3D de indentación Cube Corner .....	87
2.3.2	Teoría de plasticidad aplicada para la simulación MEF.....	90
2.3.2.1	Ley constitutiva aplicada en la simulación MEF de la nanoindentación elastoplástica .....	90
2.3.2.2	Ley constitutiva aplicada en la simulación MEF de la nanoindentación con comportamiento ferroelástico .....	92
3.	Resultados y discusión .....	95
3.1	Nanoindentación Berkovich (BK2) en material de referencia .....	95
3.1.1	Caracterización y calibración del indentador.....	95
3.1.1.1	Método convencional por nanoindentación .....	95
3.1.1.2	Análisis de micrografías AFM .....	96
3.1.1.3	Análisis de micrografía SEM .....	97
3.1.2	Experimentación y simulación de las curvas <i>P-h</i> .....	97

3.1.2.1	Nanoindentación elástica .....	97
3.1.2.2	Nanoindentación elastoplástica .....	102
3.1.3	Perfilometría experimental y de simulación MEF .....	107
3.1.4	Conclusiones preliminares.....	110
3.2	Nanoindentación Berkovich (BK1) y esferocónica en cerámicos base zirconia .....	111
3.2.1	Caracterización y calibración del indentador.....	111
3.2.1.1	Método convencional por nanoindentación .....	111
3.2.1.2	Análisis de micrografías AFM .....	112
3.2.2	Caracterización morfológica de las muestras cerámicas base zirconia ...	114
3.2.2.1	Análisis de micrografías AFM .....	114
3.2.3	Análisis de la estructura cristalina.....	116
3.2.4	Análisis de nanoindentación Berkovich (BK1) en la muestra de referencia .....	119
3.2.4.1	Nanoindentación en sílice fundida.....	119
3.2.4.2	Análisis de la curva $P_m$ - $a/R$ .....	120
3.2.4.3	Simulación de la curva $P$ - $h$ .....	120
3.2.5	Análisis de nanoindentación Berkovich (BK1) en las muestras cerámicas base zirconia.....	121
3.2.5.1	Nanoindentación Berkovich en las muestras cerámicas base zirconia	121
3.2.5.2	Análisis de las curvas $P_m$ - $a/R$ .....	125
3.2.5.3	Simulación de las curvas $P$ - $h$ de la nanoindentación Berkovich (BK1) en cerámico ferroelástico .....	128
3.2.6	Análisis de nanoindentación esferocónica en sílice fundida .....	131
3.2.6.1	Experimentación y simulación de las curvas $P$ - $h$ de nanoindentación	131
3.2.7	Análisis de nanoindentación esferocónica en las muestras cerámicas base zirconia .....	133
3.2.7.1	Nanoindentaciones esferocónicas en las muestras cerámicas base zirconia.....	133
3.2.7.2	Análisis de las curvas $P_m$ - $a/R$ .....	137
3.2.7.3	Simulación de las curvas $P$ - $h$ de la nanoindentación esferocónica para el material cerámico ferroelástico .....	141

3.2.7.4	Caracterización de anisotropía por nanoindentación esferocónica en el material 16YTaSZ .....	145
3.2.8	Conclusiones preliminares.....	159
3.3	Nanoindentación tipo Cube Corner en cerámico BaTiO <sub>3</sub> .....	161
3.3.1	Caracterización y calibración del indentador.....	161
3.3.1.1	Método convencional por nanoindentación .....	161
3.3.1.2	Análisis de micrografías AFM .....	162
3.3.2	Análisis de nanoindentación Cube Corner en material de referencia .....	162
3.3.2.1	Nanoindentación en la muestra de sílice fundida .....	162
3.3.2.2	Simulación de las curvas <i>P-h</i> de nanoindentación .....	163
3.3.3	Análisis de nanoindentación Cube Corner en la muestra cerámica BaTiO <sub>3</sub> .....	163
3.3.3.1	Comportamiento anisotrópico de las propiedades mecánicas de dominios en monocristal de BaTiO <sub>3</sub> .....	163
3.3.3.2	Nanoindentación en la muestra cerámica BaTiO <sub>3</sub> .....	164
3.3.3.3	Análisis de las curvas <i>P<sub>m</sub>-a/R</i> .....	166
3.3.3.4	Simulación de las curvas <i>P-h</i> de la nanoindentación Cube Corner para el material BaTiO <sub>3</sub> .....	169
3.3.4	Conclusiones preliminares.....	172
4.	Conclusiones.....	173
5.	Perspectivas de trabajo futuro.....	175
6.	Anexos.....	185
7.	Publicaciones .....	215

## Índice de Figuras

Figura 1. (a) Ciclo típico de indentación. (b) Curva de <i>P-h</i> .....	33
Figura 2. Sección transversal de una huella hecha en un material elástico-plástico. ....	37
Figura 3. Esquema de contacto entre un indentador rígido y una muestra plana.....	37
Figura 4. Flujo bidimensional lateral para materiales ideales rígidos plásticos.....	42

Figura 5. Patrón de líneas de flujo en un material idealmente plástico deformado por un indentador plano. ....	42
Figura 6. Cavidad esférica sometida a una presión interna $P'$ . ....	44
Figura 7. (a) Flujo radial para materiales elastoplásticos (modo de compresión), (b) la línea sólida representa las predicciones de la ecuación 37 y los puntos representan las mediciones experimentales.....	45
Figura 8. Regiones de operación para los diferentes mecanismos de deformación, por contacto con cuñas rígidas.....	47
Figura 9. Comportamiento de un material real, en el cual el endurecimiento por deformación produce un apilamiento y la zona elástica bajo el indentador permite que la superficie de la probeta se desplace hacia abajo.....	48
Figura 10. Proyección del criterio de cedencia tipo von Mises, dentro del plano $\sigma_1, \sigma_2$ .	51
Figura 11. Endurecimiento por deformación isotrópico. ....	51
Figura 12. Esquema de las estructuras cristalinas del material cerámico base zirconia con fase (a) tetragonal y (b) cúbica.....	56
Figura 13. Esquema de inclinación de una colonia de dominios debido a la combinación de deformaciones afectadas por el re-direccionamiento de las celdas unitarias. ....	56
Figura 14. Influencia mecánica de los dominios (a) en un ensayo de compresión (nanoindentación) y (b) en ensayo de tensión. ....	57
Figura 15. Mecanismo de incremento de tenacidad a la fractura por re-direccionamiento de dominios. ....	58
Figura 16. Micrografía por barrido electrónico de dominios y colonia de dominios del material cerámico sometido a compresión uniaxial.....	59
Figura 17. Curva esfuerzo-deformación con comportamiento ferroelástico y plástico para el cerámico zirconia a 500°C ( $\epsilon$ es la deformación total, $\Delta\epsilon_c$ deformación de transformación, $\sigma_c$ esfuerzo coercitivo, $\sigma_y$ esfuerzo de cedencia plástica, y $R1-R6$ relajación de esfuerzos). ....	60
Figura 18. Estructura tipo perovskita, propia del Titanato de Bario a $T_c$ . ....	61
Figura 19. Configuración espacial de dominios 3D. ....	62
Figura 20. Estructuras con ángulos entre límites de dominios de 90° y 45°.....	62
Figura 21. Configuración de dominios tipo $a$ y $c$ . ....	63

Figura 22. Patrón de arreglos típicos de dominios en materiales ferroeléctricos-ferroelásticos con la estructura tetragonal. Las flechas en las paredes de dominio representan la dirección de polarización y/o la clase de la carga eléctrica. ....	64
Figura 23. Dominios formados después de la preparación de superficies por agentes externos, mecánicos o eléctricos.....	64
Figura 24. Diagrama esquemático del mallado cúbico de ocho nodos, para la simulación de la deformación ferroelástica por MEF.....	68
Figura 25. Dislocación de borde: (a) cristal perfecto, (b) cizallamiento del cristal y (c) modelo en 3 dimensiones del cizallamiento.....	69
Figura 26. Dislocación helicoidal. ....	70
Figura 27. Circuito de Burgers para una dislocación de borde: (a) cristal perfecto, (b) cristal con dislocación.....	71
Figura 28. Circuito de Burgers para una dislocación helicoidal: (a) cristal perfecto, (b) cristal con dislocación.....	71
Figura 29. Sentidos en los cuales se puede generar deslizamiento en una red cristalina: (a) cristal antes del corte, (b) deslizamiento en una dirección compacta, y (c) deslizamiento en una dirección no compacta. ....	72
Figura 30. Esquema del sistema de nanoindentación Hysitron.....	73
Figura 31. Diagramas característicos para materiales (a) Elásticos ideales, (b) Rígido-plásticos y (c) Elastoplásticos.....	74
Figura 32. Indentador modelado por un cono con extremidad esférica de radio $R$ . ....	80
Figura 33. (a) Indentador con desgaste, modelado como un cono de semiángulo de apertura $\phi$ y una extremidad esférica con radio $R$ , (b) indentador perfecto, modelado como un cono de semiángulo de apertura $\phi$ , y (c) mallado por elementos finitos del modelo 2D del indentador Berkovich (BK2).....	81
Figura 34. Geometría de elementos para modelado 2D (a) PLANE182, (b) TARGE169 y CONTA165.....	81
Figura 35. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) punta perfecta, y punta con desgaste, y (c) mallado del modelo 3D para la simulación de la nanoindentación Berkovich (BK2). ....	83
Figura 36. Geometría de elementos para modelado 3D tipo (a) SOLID187, (b) TARGE170 y CONTA174.....	83

Figura 37. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) desgaste de las aristas y de la punta, y (c) mallado MEF utilizados en las simulaciones de las nanoindentaciones Berkovich.....	85
Figura 38. (a) Geometría del indentador esferocónico, (b) mallado del modelo MEF completo y (c) mallado fino de la punta y muestra en el contacto. ....	86
Figura 39. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) desgaste de las aristas y de la punta, (c) mallado por MEF usado en las simulaciones de las nanoindentaciones con el modelo 3D Cube Corner y (d) reflejo del modelo en el plano $XY$ .....	88
Figura 40. Geometría de elementos para modelado 3D tipo SOLID185.....	89
Figura 41. Diagrama de flujo del análisis por MEF. ....	90
Figura 42. Modelo de cedencia y de endurecimiento por deformación.....	91
Figura 43. Modelo de cedencia y de endurecimiento por deformación, elastoplástico multilíneal.....	93
Figura 44. (triángulos) Función de área de contacto experimental para el indentador Berkovich (BK2) a penetraciones arriba de 100nm, (línea roja) comparada con el ajuste analítico a bajas penetraciones usando la ecuación 100. ....	95
Figura 45. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Berkovich. ....	96
Figura 46. Imagen SEM con aumento de 2500X del indentador Berkovich. ....	97
Figura 47. Comparación de las simulaciones de las nanoindentaciones en sílice fundida elástica por MEF 2D y 3D con los datos experimentales, utilizando los modelos de la punta Berkovich perfecta y desgastada (BK2).....	98
Figura 48. Efecto de la geometría del modelo de indentador (a-b) 2D y (c-b) 3D en los esfuerzos sufridos en la superficie y debajo de la muestra de sílice fundida a la carga máxima de nanoindentación dentro del rango elástico. ....	101
Figura 49. Ajuste lineal de la curva $P_m-a/R$ experimental para la última indentación con comportamiento elástico. ....	102
Figura 50. Ajuste polinomial de la curva $P_{max}-h_f$ de las indentaciones experimentales con comportamiento elastoplástico.....	103
Figura 51. Comparación de las nanoindentaciones en sílice fundida con comportamiento elastoplástico de las simulaciones MEF 2D y 3D utilizando los modelos de la punta Berkovich (BK2) desgastada, con los datos experimentales. ....	104

Figura 52. Efecto de la geometría del modelo de indentador (a-b) 2D y (c-d) 3D en los esfuerzos sufridos en la superficie y debajo de la muestra de sílice fundida dentro del rango elastoplástico. ....	105
Figura 53. Comparación de la medición por AFM en modo contacto del perfil de la huella de indentación experimental Berkovich con los perfiles de indentación obtenidos por MEF. ....	108
Figura 54. Comparación de la medición por AFM en modo contacto de (a) la huella de indentación experimental Berkovich con las huellas obtenidas por las simulaciones MEF (b) 2D y (c) 3D.....	108
Figura 55. Análisis de perfiles de las superficies de las muestras (líneas rojas) y de los indentadores (líneas negras) de las simulaciones de la nanoindentación Berkovich en sílice fundida al desplazamiento máximo experimental 220.5nm para el modelo: (a) 2D MEF y (b) 3D MEF.....	109
Figura 56. Funciones de área de contacto experimentales para los indentadores Esferocónico y Berkovich (BK1) (puntos y triángulos respectivamente), comparada con los ajustes analíticos a bajas penetraciones usando la ecuación 100 (líneas roja y magenta respectivamente). ....	112
Figura 57. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Berkovich (BK1).....	113
Figura 58. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta esferocónica, y el análisis de sección transversal. ....	113
Figura 59. Imágenes de AFM de muestra 7YSZ: a) vista superior de $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.....	114
Figura 60. Imágenes de AFM de muestra 16YTaSZ: a) vista superior de $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.....	115
Figura 61. Imágenes de AFM de muestra 25Y7TaSZ: a) vista superior de $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.....	115
Figura 62. Análisis de sección transversal de la superficie del material cerámico 16YTaSZ. ....	116
Figura 63. Patrones de difracción de rayos X correspondientes a los materiales cerámicos.....	116
Figura 64. Deconvolución de difractograma para la muestra 7YSZ en los planos (a) (002)/(200) y (b) (004)/(400), para la muestra 16YTaSZ en los planos (c) (002)/(200) y (d) (004)/(400), y para la muestra 25Y7TaSZ en los planos (e) 200 y (f) 400. ....	118

- Figura 65. Evolución del comportamiento elástico durante una serie de nanoindentaciones con la punta Berkovich (BK1) de bajas a altas cargas, para el material de referencia de sílice fundida..... 119
- Figura 66. Ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  de la indentación Berkovich (BK1) experimental en sílice fundida..... 120
- Figura 67. Comparación de la simulación por MEF 3D de la nanoindentación Berkovich (BK1) con comportamiento elástico, con los datos experimentales en sílice fundida..... 121
- Figura 68. Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 7YSZ..... 122
- Figura 69. Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 16YTaSZ..... 122
- Figura 70. Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 25Y7TaSZ..... 123
- Figura 71. Comparación de las nanoindentaciones Berkovich (BK1) en los materiales cerámicos con fase  $t'$  y cúbica, a la misma carga aplicada de (a)  $1000\mu\text{N}$  y (b)  $2500\mu\text{N}$ ..... 124
- Figura 72. Huellas de nanoindentación Berkovich (BK1) a una carga máxima de  $2500\mu\text{N}$  en los materiales cerámicos (a) 7YSZ, (b) 16YTaSZ y (c) 25Y7TaSZ..... 125
- Figura 73. Curvas  $P_m-a/R$  experimentales para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta Berkovich (BK1) (a) comparación general, y ajustes lineales para (b) 7YSZ, (c) 16YTaSZ y (d) 25Y7TaSZ..... 126
- Figura 74. Comparación de los datos experimentales para el cerámico ferroelástico 16YTaSZ, con las simulaciones de las nanoindentaciones Berkovich (BK1) con comportamiento (a) elástico-ferroelástico y (b) elastoplástico, por simulación MEF 3D..... 129
- Figura 75. Comparación de las deformaciones residuales de la nanoindentación Berkovich (BK1) elastoplástica (a) experimental y (b) la obtenida por la simulación MEF 3D..... 130
- Figura 76. Esfuerzos residuales sobre y por debajo de la superficie del material cerámico 16YTaSZ correspondiente a la simulación de la nanoindentación

	Berkovich (BK1) a (a) la carga máxima de 2500 $\mu$ N, y (b) después de la descarga.....	131
Figura 77.	Evolución del comportamiento elástico durante una serie de nanoindentaciones con la punta esferocónica, de bajas a altas cargas para el material de referencia.....	131
Figura 78.	Ajuste lineal de la curva $P_m$ - $a/R$ de la indentación esferocónica experimental en sílice fundida.....	132
Figura 79.	Comparación de la simulación MEF 2D de la nanoindentación esferocónica elástica en sílice fundida, con los datos experimentales. ....	133
Figura 80.	Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 7YSZ. ....	134
Figura 81.	Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 16YTaSZ. ....	134
Figura 82.	Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 25Y7TaSZ. ....	135
Figura 83.	Comparación de las nanoindentaciones esferocónicas en los materiales cerámicos con fase $t'$ y cúbica, a la carga aplicada de (a) 5000 $\mu$ N y (b) 7400 $\mu$ N.....	136
Figura 84.	Huellas de nanoindentación esferocónica a una carga máxima de 7400 $\mu$ N en los materiales cerámicos (a) 7YSZ, (b) 16YTaSZ y (c) 25Y7TaSZ.....	137
Figura 85.	Curvas $P_m$ - $a/R$ experimentales para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta esferocónica (a) comparación general, y ajustes lineales para (b) 7YSZ, (c) 16YTaSZ y (d) 25Y7TaSZ.....	138
Figura 86.	Análisis del trabajo elástico y plástico realizado en la prueba de nanoindentación.....	140
Figura 87.	Comparación de los datos experimentales para el cerámico ferroelástico 16YTaSZ, con las simulaciones de las nanoindentaciones esferocónica con comportamiento (a) ferroelástico y (b) elastoplástico, por simulación MEF 2D.....	142
Figura 88.	Comparación de las deformaciones residuales de la nanoindentación esferocónica elastoplástica en el cerámico 16YTaSZ (a) experimental y (b) la obtenida por la simulación MEF 2D.....	143

Figura 89. Esfuerzos equivalentes von Mises sobre y por debajo de la superficie del cerámico 16YTaSZ, correspondiente a la simulación de la nanoindentación esferocónica con (a) carga máxima de 7400 $\mu$ N y (b) en la descarga. ....	144
Figura 90. Análisis de perfiles de las deformaciones residuales de superficie de la muestra experimental (líneas grises) y de la simulación MEF 2D (línea negra), correspondiente a la nanoindentación esferocónica elastoplástica en el material 16YTaSZ.....	145
Figura 91. Topografía del cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esferocónicas. ....	146
Figura 92. Curvas $P-h$ , correspondientes a las nanoindentaciones esferocónicas en el cerámico 16YTaSZ, diferenciadas dependiendo del tipo de altura del grano ensayado. ....	147
Figura 93. Curvas $P_m-a/R$ en la muestra 16YTaSZ, diferenciando de alturas de granos altos, medios y bajos, (a) generales, y ajustes lineales para las medidas en los granos (b) altos, (c) medios y (d) bajos.....	148
Figura 94. Topografía del cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esferocónicas, en un grano alto, medio y bajo.....	151
Figura 95. Análisis de las secciones transversales de las nanoindentaciones esferocónicas en el material 16YTaSZ, para un grano (a) alto, (b) medio y (c) bajo.....	151
Figura 96. Topografía del material cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esferocónicas, en (a-b) granos altos, (c-d) granos medios y (e-f) granos bajos. ....	153
Figura 97. Diagrama esquemático de la migración de las dislocaciones en la dirección de los planos cristalinos.....	154
Figura 98. Vista isométrica de la celda unitaria de la estructura cristalina para el cerámico 16YTaSZ. ....	155
Figura 99. Cortes de la celda unitaria para el 16YTaSZ en los planos (a) (111), (b) (110), y (c) (100).....	155
Figura 100. Diagrama esquemático de las dislocaciones en las familias de planos (a){110} $_{45^\circ}$ y (b) {110} $_{90^\circ}$ .....	156
Figura 101. Modelos de reforzamiento mecánico debido al fenómeno de ferroelasticidad en el cerámico 16YSZ con dirección cristalina (a) (100), (b) (110) y (c) (111). ....	158
Figura 102. Análisis de las secciones transversales de las nanoindentaciones esferocónicas en el material 16YTaSZ, para estimación de ángulo de deformación. ....	159

Figura 103. Función de área de contacto experimentales para el indentador Cube Corner (cuadros), comparada con el ajustes analítico a bajas penetraciones usando la ecuación 100 (línea roja).....	161
Figura 104. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Cube Corner.....	162
Figura 105. Comportamiento elástico durante una nanoindentación con la punta Cube Corner, para el material de sílice fundida. ....	163
Figura 106. Comparación de la simulación MEF 3D de la nanoindentación Cube Corner en sílice fundida, con los datos experimentales.....	163
Figura 107. (a) Imagen de la topografía de dominios BaTiO <sub>3</sub> (001), donde se llevaron a cabo las indentaciones, (b) perfil de los dominios y (c) esquema ideal de dominios perpendiculares al plano y en el plano, el cual muestra la posible dirección de los vectores de polarización.....	164
Figura 108. Nanoindentaciones Cube Corner en el cerámico BaTiO <sub>3</sub> , clasificando de alturas de las paredes de dominios.....	165
Figura 109. Graficas de los módulos de elasticidad reducido contra la distancia del dominio, de la anisotropía de los dominios en BaTiO <sub>3</sub> evaluada sobre la superficie del plano (001).....	165
Figura 110. Ajuste lineal de las curvas $P_m-a/R$ experimentales, de las medidas realizadas en las paredes con vectores (a-c) perpendiculares al plano, (d-e) en el plano, (f-g) perpendiculares al plano y (h) comparación general. ....	167
Figura 111. Comparación de los datos experimentales $P-h$ para el cerámico BaTiO <sub>3</sub> , con las simulaciones por MEF 3D de las nanoindentaciones Cube Corner: (a)#1, (b)#2, (c)#3, (d)#4, (e)#5, (f)#6 y (g)#7.....	170
Figura 112. Esfuerzos von Mises y deformaciones máximos en el material cerámico BaTiO <sub>3</sub> correspondiente a la simulación de la nanoindentación Cube Corner a la carga máxima de 1000 $\mu$ N: (a-b)#1, (c-d)#2, (e-f)#3, (g-h)#4, (i-j)#5, (k-l)#6 y (m-n)#7 respectivamente.....	171

## Índice de Tablas

Tabla 1. Propiedades elásticas y plásticas de la sílice fundida.....	78
Tabla 2. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 2D de punta Berkovich (BK2).....	82
Tabla 3. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Berkovich (BK2).....	84

Tabla 4. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Berkovich (BK1).....	85
Tabla 5. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 2D de punta esferocónica.....	87
Tabla 6. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Cube Corner.....	89
Tabla 7. Parámetros y propiedades del material derivadas de las simulaciones MEF 2D y 3D y del análisis de los datos experimentales de nanoindentación con comportamiento elástico para la muestra de sílice fundida.....	99
Tabla 8. Propiedades elastoplásticas experimentales para el material de referencia....	103
Tabla 9. Parámetros y propiedades del material derivadas de las simulaciones MEF 2D y 3D y del análisis de los datos experimentales de las nanoindentaciones con comportamiento elastoplástico para la muestras de sílice fundida.....	105
Tabla 10. Análisis de los valores de esfuerzos durante la transición del comportamiento elástico al elastoplástico en las simulaciones MEF. ....	106
Tabla 11. Parámetros de las estructuras cristalinas de los materiales cerámicos. ....	118
Tabla 12. Cálculos de relación de tetragonalidad.....	119
Tabla 13. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales $P_m-a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta Berkovich (BK1). ....	127
Tabla 14. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales $P_m-a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta esferocónica.....	139
Tabla 15. Energías plástica y elástica generadas durante el proceso de nanoindentación para los materiales cerámicos base zirconia.....	141
Tabla 16. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales $P_m-a/R$ , correspondientes a la nanoindentaciones esferocónicas realizadas en el material en el material 16YTaSZ, considerando los granos altos, medios y bajos. ....	149
Tabla 17. Propiedades elásticas y plásticas de BaTiO <sub>3</sub> .....	169



## Resumen

El análisis por el método de elementos finitos (MEF) de ensayos de nanoindentación es una herramienta poderosa para ampliar el espectro de entendimiento de fenómenos de deformación y falla de prácticamente cualquier tipo de material. Actualmente, el análisis de indentadores con geometría piramidal está basado casi en su totalidad en modelos MEF 2D que aproximan a una esfera equivalente. Sin embargo, la simplificación del modelo no permite la descripción correcta de los campos de esfuerzo y deformación, asociados a huellas de indentadores piramidales reales. En el presente trabajo se desarrollaron modelos MEF 2D y 3D que consideran la geometría real del indentador, particularmente en la punta, previamente caracterizado mediante el análisis de imágenes del indentador obtenidas por AFM. Los modelos MEF desarrollados fueron usados para el estudio de cerámicos base zirconia con estructura tetragonal no transformable, los cuales tienen una innovadora aplicación en la industria aeronáutica (como recubrimientos de alabes de turbina). Se realizó una comparación del comportamiento mecánico de dos composiciones que presentan fase tetragonal no transformable (t') ( $92.4\text{ZrO}_2+7.6\text{YO}_{1.5}$  y  $66.8\text{ZrO}_2-16.6\text{YO}_{1.5}-16.6\text{TaO}_{2.5}$ ), cuyos resultados se compararon a su vez con una muestra con fase cúbica (F) ( $66.8\text{ZrO}_2-25.5\text{YO}_{1.5}-7.7\text{TaO}_{2.5}$ ), de la cual no se esperan fenómenos de deformación no lineal. Se propuso una ley constitutiva para la descripción del comportamiento mecánico experimental de materiales ferroelásticos bajo ensayos de nanoindentación, a partir del análisis de las curvas esfuerzo-deformación de indentación ( $P_m-a/R$ ). Se encontró una metodología para identificar la orientación cristalina de los cristales estudiados en las muestras 16YTaz a partir de la topografía revelada por pulido mecanoquímico y las diferencias en su módulo de elasticidad determinado por nanoindentación. Los cristales que tienen orientación cristalina (100) presentan una mayor pendiente en “aumento en la rigidez de contacto” conforme aumenta la fuerza de indentación respecto de los cristales orientados en planos (110) y (111) y que sólo puede ser explicada mediante fenómenos ferroelásticos. Finalmente, ensayos de nanoindentación en  $\text{BaTiO}_3$  utilizando una punta piramidal, simulados también por MEF 3D, permitieron demostrar que el comportamiento anisotrópico asociado a tipos de dominios reportado en la literatura no existe, y que sus variaciones son debidas a la posición del ensayo o a la fracción de volumen del campo de esfuerzos de la indentación respecto a la configuración de dominios de 90°-ca.

## Abstract

The finite element modeling (FEM) applied to nanoindentation tests is emerging as a powerful tool for increasing the understanding of deformation and failure mechanisms for practically any material. Nowadays, the analysis of indentations test using pyramidal shaped indenters is based almost completely in 2D FEM in order to approximate the tip to an equivalent sphere. However, this simplification does not allow the correct description of the stress and strain fields around the indentation imprint produced by the pyramidal indenter. In this work, FEM models in 2D and 3D were developed taking into account the indenters real shape, particularly at the tip end. The bluntness geometry of the tip was characterized by AFM. The developed FEM models were used to study the mechanical behavior of dense zirconia based ceramics having a non-transformable tetragonal phase. A comparison in the mechanical behavior of two key compositions of t'-zirconia materials (7YSZ and 16YTaSZ) with one having cubic phase (25YTaSZ) was undertaken. In the 25YTaSZ sample, the effects non-lineal deformation are not expected. A constitutive law to describe the experimental mechanical behavior by nanoindentation in these materials based on the analysis of the "*stress-strain indentation*" curves was defined and successfully used in the FEM simulation. A methodology based on the topography analysis and the elastic modulus determined by nanoindentation to determine the crystal orientation of the tested grains in 16YTaSZ samples is here proposed. Crystallites oriented in the (100) show a bigger stiffening effect as the indentation load increases compared to crystallites oriented in (111) and (110) planes. This effect can only be explained by the switching of tetragonal unit cells oriented parallel to the load direction and thus the ferroelastic behavior. Finally, nanoindentation tests in BaTiO<sub>3</sub> using a pyramidal tip, also simulated by FEM 3D models allowed to demonstrate that there is no anisotropic behavior associated to domain type as reported in the literature, but a strong interaction between 90°-ca domain walls with the indentation position or volume fraction of the indentation stress field leading to a ferroelastic switching of domains.

## 1. Introducción

La prueba de nanoindentación a cargas ultra-bajas se está haciendo una técnica importante para la caracterización de propiedades mecánicas de materiales en muestras macroscópicas y de películas finas. El módulo de elasticidad y dureza se determinan a partir del análisis de los datos experimentales de carga contra profundidad de penetración ( $P-h$ ) en la muestra. Los métodos para determinar el área de contacto generada durante el ensayo de nanoindentación, están basados en las ecuaciones del contacto elástico Hertziano [1,2]. Los dos métodos más comúnmente usados son: el método de descarga múltiple [3,4] y el método de descarga simple [5]. En ambos métodos se lleva a cabo el análisis del comportamiento de la curva de descarga, seguida del contacto elástico-plástico entre el indentador y las muestras, aplicables de igual forma para películas delgadas [6]. El método de Oliver-Pharr (O&P) [4], es uno de los métodos mejor establecidos en el análisis de la nanoindentación, el cual calcula la dureza a través de una “función de área” definiendo la relación entre el área de contacto y la profundidad de penetración en contacto ( $A_c-h_c$ ). Sin embargo, el desgaste de la punta del nanoindentador es considerado de forma indirecta en la determinación de la función de área, ya que la geometría del área de contacto no está definida. Por lo tanto, es necesario aplicar otros métodos disponibles para complementar la calibración de los indentadores, los cuales incluyen técnicas para la caracterización tridimensional usando microscopía de fuerza atómica (sus siglas en inglés “AFM”) [7-12] y microscopía electrónica de barrido (sus siglas en inglés “SEM”) [7, 11-14].

Al respecto, se han hecho suposiciones sobre cómo es el desgaste de las puntas piramidales considerándolas como axisimétricas [4,13], pero en realidad, la geometría de las puntas y su desgaste es mucho más compleja de describir. Actualmente la representación del desgaste en los nanoindentadores con modelos analíticos y numéricos ha sido estudiada con más detenimiento [13-26], debido a su importancia en el análisis donde se utilicen penetraciones tan bajas en donde predomine el área de contacto con las imperfecciones de la geometría del indentador. A decir verdad, los indentadores piramidales de tres caras son objetos tridimensionales (3D), y son idealmente descritos en forma errónea en relación con las verdaderas formas sobre un modelo tridimensional de su geometría real.

Actualmente un método menos preciso es usado en base a medidas colectivas como área transversal, el radio de contacto efectivo, o el radio esférico efectivo, cada uno

expresado en función de la profundidad de penetración. Un método para determinar el área transversal de las pirámides de diamante tipo Berkovich fue descrito por Doerner y Nix [3], seguido por el cálculo del área proyectada analizando una imagen obtenida mediante microscopía electrónica de transmisión (sus siglas en inglés "TEM") [8,15]. El área transversal del indentador es definida en función de la profundidad de penetración máxima, analizando varias huellas en el material a diferentes cargas para obtener una imagen representativa de la forma del indentador. Sin embargo, el método propuesto por Doerner y Nix tiene un enfoque final de tratar la geometría del indentador con un modelo axisimétrico.

Oliver y Pharr [4] también propusieron un método para calcular el área de contacto entre el indentador y la muestra durante la prueba de nanoindentación, basándose en la primicia de conocer de antemano el módulo elástico del material indentado en la calibración, y lo comprobaron analizando huellas de indentación realizadas en aluminio. Usaron un método iterativo para obtener un polinomio que describe el área transversal del indentador en función de la profundidad de penetración, en donde de antemano se debe calcular la complianza del instrumento utilizado.

Las curvas de carga y descarga de una prueba de nanoindentación obtenidas experimentalmente con un indentador tipo Berkovich, son generalmente reproducidas mediante una simulación 2D donde se utiliza un modelo esferocónico, con el cual, se obtienen valores de la relación área-profundidad de penetración en contacto ( $A_c-h_c$ ) equivalentes al de la punta piramidal de tres caras. Sin embargo, incluso cuando las simulaciones que consideran una geometría equivalente reproducen en forma aceptable las curvas  $P-h$  experimentales, el comportamiento de la simulación 2D no describe en forma correcta los campos de esfuerzo y deformación generados alrededor de la huella por el indentador piramidal real. El continuo desarrollo de la computación, ha estimulado a la investigación el aplicar métodos numéricos para solucionar los problemas relacionados con el cálculo de las geometrías reales de contacto generadas en una indentación, las cuales no pueden ser descritas adecuadamente por las expresiones cuadráticas utilizadas originalmente por Hertz. La simulación por el método del elemento finito bidimensional (MEF 2D) de la nanoindentación piramidal, se basa en utilizar un modelo con un espacio del material semi-infinito, donde el indentador piramidal real es reemplazado por un indentador con geometría esferocónica equivalente [16-21]. El área de contacto es subdividida en una malla con elementos

lineales, modelando la estructura sólida del material con elementos planos (campo de esfuerzos, campo de deformaciones) con características axisimétricas. En la simulación por MEF 3D de la nanoindentación con indentadores piramidales, el área de contacto es subdividida en una malla con elementos 2D, permitiendo la distribución de la presión en forma no-axisimétrica, la cual actúa sobre las áreas de la superficie de la malla 3D que representa el cuerpo del material [22-25]. Generalmente, en los modelos 3D son empleados elementos cuadrados de presión uniforme, pero los elementos triangulares que se ensamblan brindan algunas ventajas, como permitir el poder mallar geometrías más curvas y complejas con cambios abruptos en sus contornos. Para representar el cuerpo de la muestra, se genera una malla con el traslape de elementos en 3D de forma tetragonal, ensamblados mediante sus caras triangulares. Finalmente, tanto en la simulación 2D como en la 3D, el hecho de que la presión disminuye a cero en el borde del contacto asegura que las superficies fuera del área de contacto no se consideren. Un tratamiento más detallado de los problemas de contacto puede ser encontrado en la literatura [27]. Actualmente, la simulación de una nanoindentación piramidal mediante un modelo por MEF 2D es preferida comúnmente en lugar de usar simulación por MEF 3D, debido a que la simulación 2D con una geometría esferocónica equivalente a la piramidal reduce el tiempo de computo [16-20], sin embargo, la anterior consideración trae como consecuencia problemas de exactitud entre las medias experimentales y las predicciones de los cálculos numéricos, principalmente en las deformaciones generadas en el modelo del material. Una de las causas, es la desigualdad entre las geometrías reales y los modelos 2D, presentándose en los ensayos experimentales diferentes concentraciones de esfuerzos debido a las aristas de las pirámides, sus caras planas, y el desgaste en las puntas el cual no es axisimétrico. Como consecuencia, surge la necesidad de desarrollar modelos de puntas piramidales con mejores aproximaciones a las geometrías reales, a fin de simular comportamientos más semejantes a los producidos durante los ensayos experimentales. A causa de la complejidad del análisis de contacto elástico-plástico al representar modelos 3D de los nanoindentadores piramidales, el MEF ha sido preferentemente utilizado en la actualidad a diferencia de los modelos analíticos [10-23], permitiendo considerar en el análisis numérico el efecto de las geometrías no axisimétricas en los esfuerzos y deformaciones.

El estudio desarrollado en la presente tesis, parte de la hipótesis de que es posible simular el proceso de nanoindentación de manera más exacta, tomando en cuenta las

condiciones reales que se tienen durante el proceso del ensayo, como la geometría real del indentador y de la muestra. Por lo tanto, para predecir el comportamiento de deformación alrededor de una huella de nanoindentación, generada con un indentador piramidal tipo Berkovich en un material de referencia (sílice fundida), se realizaron simulaciones 2D y 3D mediante un programa que utiliza el método de elementos finitos (MEF).

La aplicación de los experimentos de nanoindentación y su respectiva simulación, se espera sean capaces de proporcionar información adicional, como el comportamiento de los campos de esfuerzo y deformación generados durante la prueba, para la comprensión de fenómenos específicos que se presentan a escala nanométrica en materiales multifuncionales como el de la ferroelasticidad.

Un grupo particular de materiales que presentan el fenómeno de ferroelasticidad es el de los cerámicos de base de zirconia, los cuales se utilizan como recubrimientos de barreras térmicas (sus siglas en inglés "TBC's"), debido a sus propiedades térmicas y mecánicas. Entre ellos, nuevos materiales cerámicos base zirconia con fase tetragonal prometen ser una buena opción a ser aplicadas en la industria como cerámicos duros además de ser buenos aislantes térmicos. Es bien sabido que, en zirconia con bajo contenido de estabilizante (por ejemplo  $Y_2O_3$ ) el aumento de la resistencia a la fractura a temperatura ambiente es el resultado de la transición de la fase tetragonal metaestable (t) a la fase monoclinica polimórfica (m) [28]. El mecanismo de incremento a la "resistencia a la fractura por transformación" ocurre debido a las presiones impuestas al campo de esfuerzos cercano a un extremo de una grieta. El efecto de incremento en la resistencia a la fractura decae al aumentar la temperatura, y es totalmente inhibida a  $\approx 900^\circ C$ . Temperatura en la que las partículas incrustadas de zirconia monoclinica se transforman a la fase tetragonal estable (t), que tiene como consecuencia la ausencia de la fuerza impulsora para el incremento a la resistencia a la fractura por transformación [29]. A altas temperaturas se ha propuesto otro mecanismo de reforzamiento basado en el re-direccionamiento de dominios ferroelásticos en zirconia con fase (t') no-transformable [30]. Desde el punto de vista mecánico, el aumento de las propiedades mecánicas del material ha sido explicado como la migración por delaminación de las fronteras de grano o al alojamiento de deformaciones por esfuerzos de corte mediante dislocaciones [31-33].

La mecánica del proceso del incremento en la resistencia a la fractura ha sido examinada por Evans y colaboradores [30,34,35,36-39]. Los materiales ferroelásticos presentan una deformación,  $\epsilon$ , en ausencia de un esfuerzo aplicado,  $\sigma$ . El efecto de endurecimiento, que es una absorción de energía mecánica, se refleja como un aumento de la tenacidad a la fractura [40]. La deformación ferroelástica, desde un punto de vista mecánico, consiste en la re-orientación de los dominios tetragonales en el campo de esfuerzos, tratando así el material de relajar los esfuerzos aplicados [41]. Desde la introducción de los TBC en las turbinas de gas, la capa de óxido estándar aplicada ha sido constituida de  $ZrO_2$  estabilizado con  $7.6\% \pm 1\% YO_{1.5}$  (7YSZ), presentando una tetragonalidad (relación entre los parámetros de red  $\bar{c}/\bar{a}$ ) de 1.013 y una tenacidad a la fractura,  $\Gamma$ , de  $41.8 \text{ J/m}^2$ . [35] Sin embargo, el uso del 7YSZ es limitado, al menos por dos aspectos importantes. Uno concierne a la constitución de la fase del 7YSZ, que se basa en una forma tetragonal no-transformable metaestable ( $t'$ ), cuya estabilidad es cada vez más comprometida por el incesante incremento hacia mayores temperaturas de operación. La segunda limitación se refiere a la resistencia del 7YSZ a la corrosión por los depósitos de líquido [35]. Actualmente, se han realizado estudios en otros sistemas basados en zirconia, buscando una alternativa en la mejora de los TBC's. Sin embargo, entre los materiales que se han postulado como alternativos a confirmar que tienen una resistencia térmica superior, su explotación se ha visto obstaculizada por las restricciones que oponen su durabilidad [39]. La búsqueda de nuevos materiales para aplicaciones de TBC incluye al sistema ternario  $ZrO_2$ - $YO_{1.5}$ - $TaO_{2.5}$  el cual presenta una región estable no-transformable que permite la estabilidad de la fase a altas temperaturas [35]. Particularmente, una composición de  $66.8ZrO_2$ - $16.6YO_{1.5}$ - $16.6TaO_{2.5}$  presenta una tetragonalidad y resistencia a la fractura de 1.025 y  $41.4 \text{ J/m}^2$ , respectivamente, siendo valores tan altos como los del 7YSZ [35]. Una correlación entre el aumento de la tetragonalidad y de la resistencia a la fractura se ha propuesto en la literatura [40]. Por ejemplo, para el caso del sistema  $ZrO_2$ - $TiO_2$ - $YO_{1.5}$  en una sola fase tetragonal ( $t'$ ) se ha demostrado que induce un incremento del doble en la tenacidad, y la mejora se ha atribuido que se logra gracias al aumento de la tetragonalidad de la celda unitaria, mediante la sustitución de cationes  $Zr^{+4}$  por cationes más pequeños de  $Ti^{+4}$  [39], y el comportamiento observado es consistente con el mecanismo de incremento de tenacidad a la fractura por el efecto ferroelástico.

En un trabajo relacionado, se estudiaron las deformaciones generadas en una prueba de compresión para un cristal de zirconia tetragonal (t') YSZ con 3% mol, a lo largo de una orientación cristalográfica de (100) a la temperatura de 500 °C [41]. La curva esfuerzo-deformación mostró una meseta en los 650MPa que está asociada a la deformación ferroelástica, y al valor del esfuerzo se le definió como esfuerzo coercitivo,  $\sigma_c$ , seguida por la deformación plástica en un nivel superior al límite de elasticidad de 1400MPa. La caracterización de la microestructura de los dominios tetragonales después de la deformación ferroelástica-plástica mostró suprimida la variante tetragonal con su eje-  $\bar{c}$  paralelo a la dirección de carga.

Basándonos en el anterior estudio realizado por Baither, en nuestro trabajo se propuso una hipótesis fundamentada en la posibilidad de detección de la profundidad de indentación a la cual se obtiene un incremento en la resistencia a la penetración, asociada al comportamiento ferroelástico local en el material deformado. Aunada a la metodología de analizar el comportamiento de las curvas  $P_m-a/R$ , establecida en la teoría de Hertz, y observar el cambio del comportamiento puramente elástico, al elástico-ferroelástico y posteriormente al elastoplástico, en los materiales cerámicos base zirconia estudiados.

La técnica de nanoindentación en combinación con el análisis de las curvas  $P_m-a/R$ , se ha convertido en una caracterización exitosa para estudiar los mecanismos de contacto y la deformación de los materiales, tanto en el comportamiento elástico, como el elastoplástico [42], incluyendo los cambios que sufren en su microestructura [43]. En el presente trabajo, la medición de las propiedades mecánicas de los cerámicos de base zirconia a través del análisis de las curvas de nanoindentación ha sido estimulado, y también para el estudio del comportamiento endurecimiento por deformación que se presenta a escalas micro-nano, ya que un mecanismo habitual para los materiales frágiles bajo un ensayo de indentación y/o compresión uniaxial macro es la aparición de falla por fractura inmediatamente después de superar el régimen elástico, en lugar de generarse fenómenos de deformación por plasticidad.

Adicionalmente se simuló por MEF las pruebas de nanoindentación realizadas, en particular en el cerámico  $66.8\text{ZrO}_2-16.6\text{YO}_{1.5}-16.6\text{TaO}_{2.5}$ , siendo un material promisorio con los atributos para su uso en aplicaciones como TBC's, en particular, se enfatizó el estudio de los comportamientos tales como las deformaciones ferroelásticas y plásticas durante los ensayos de nanoindentación, donde para una mejor predicción de

los efectos de ambos fenómenos, tuvo que ser desarrollada una relación constitutiva a partir del análisis de las curvas experimentales  $P_m-a/R$ , análogo al estudio reportado por Baither. Finalmente, al igual que los cerámicos base zirconia, el reciente incremento de interés por realizar investigaciones en materiales ferroeléctricos, radican en gran parte por su potencial aplicación en sistemas microelectromecánicos (sus siglas en inglés “MEMS”) como lo son: memorias no volátiles, sensores y dispositivos dieléctricos. Sin embargo, en aplicaciones prácticas a menudo existe la preocupación sobre la posible degradación de sus propiedades ferroelásticas como lo son la fatiga, la deformación plástica y fractura. Es decir, las propiedades mecánicas de los dominios pueden influir en la confiabilidad y funcionalidad de los dispositivos. Por otra parte, los dispositivos actuales se han reducido a escalas micro o nanométricas, por lo tanto sus componentes sólo constan de unos cuantos dominios por lo que las propiedades mecánicas de cada uno de los dominios desempeña un papel crítico en el diseño, fabricación y función de los dispositivos. Sin embargo varias de las propiedades mecánicas de los dominios están aun sin explicar. Siendo el Titanato de Bario un material ferroeléctrico-ferroelástico con una estructura cristalina que nos da la oportunidad de tener un material en el que pueden ser entendidas sus propiedades mecánicas. En los años recientes, el estudio del  $BaTiO_3$  ha dado información importante acerca del comportamiento de los dominios que se forman en la superficie del material sometido a esfuerzos mecánicos. Sin embargo, los fenómenos que se observan no han sido explicados satisfactoriamente, es por lo anterior que es necesario un estudio extenso de los fenómenos de re-direccionamiento de dominios y de los fenómenos ferroelásticos que aparecen al realizar indentaciones y esfuerzos sobre los materiales cerámicos. Los cerámicos ferroeléctricos presentan estructura tipo Perovskita del tipo  $ABO_3$ , en donde A y B son cationes bi- y tetravalentes, respectivamente y O es oxígeno. De manera natural, en un cerámico con estructura cristalina con la geometría de la Perovskita, se forman dipolos en cada celda unitaria a efecto del fenómeno de polarización espontánea, mismo que se presenta durante el enfriamiento del material pasando por la temperatura de Curie. Un dominio es un conjunto de dipolos con la misma orientación del material ferroeléctrico. Los dominios quedan definidos con límites que se forman en direcciones cristalográficas  $\langle 110 \rangle$  [44]. Los cerámicos ferroeléctricos presentan el efecto piezoeléctrico que definen sus aplicaciones en dispositivos tales como sensores o actuadores. En el efecto piezoeléctrico se aplica un esfuerzo mecánico externo al cerámico, el cual origina

fenómenos ferroelásticos asociados al re-direccionamiento del ion tetravalente localizado en el centro de la celda unitaria de la estructura Perovskita. El resultado del re-direccionamiento de dominios ferroeléctricos-ferroelásticos naturalmente implica cambios en la polarización del material, misma que puede ser medida experimentalmente. El resultado del fenómeno de ferroelectricidad se manifiesta en la polarización e incrementos de la dimensiones del material, en la dirección de aplicación del campo eléctrico [45,46]. Dando lugar a la aplicación del material en la fabricación de sensores. La caracterización de la estructura y naturaleza de dominios ferroeléctricos en monocristales y cerámicos ferroeléctricos ha sido objeto de un sinnúmero de investigaciones en las últimas tres décadas [44,47]. Uno de los objetivos principales ha sido la observación directa de dominios a partir de los cuales se han presentado diversas imágenes utilizando técnicas de observación en microscopía óptica [48,49], con luz polarizada en muestras delgadas ó con técnicas de ataque químico o térmico, [50-53]. Las técnicas mencionadas permiten obtener imágenes con resolución de aproximadamente 10  $\mu\text{m}$ . Por otro lado utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido o de transmisión (SEM ó TEM), se han obtenido imágenes con resoluciones del orden de nanómetros [47,54]. Sin embargo, una desventaja en la caracterización por microscopías electrónicas es la dificultad en la interpretación de las imágenes, ya que se carece de información suficiente que permita identificar la dirección y sentido del vector de polarización, indispensable para la identificación de la naturaleza de cada dominio que se observa. La buena resolución que ofrece el microscopio de fuerzas se ha aprovechado directamente en la obtención de imágenes de vectores de polarización con el método PFM, microscopía de barrido de fuerzas piezoeléctricas [51], para explicar fenómenos ferroeléctricos [55,56]. La aplicación del método PFM abarca no sólo superficies de materiales ferroeléctricos en volumen [51-53,56,57], sino también en películas delgadas [58]. El grano de  $\text{BaTiO}_3$  altamente densificado con fase tetragonal analizado en el presente trabajo, se fabricó mediante técnicas de procesamiento de polvos, tal como se describen en la tesis de doctorado de Abel Hurtado [59]. El objetivo del presente estudio es complementar la investigación realizada, mediante simulación 3D MEF, del proceso de nanoindentación en los diferentes dominios del monocristal cerámico, para ayudar a entender el efecto del comportamiento ferroelástico sobre la anisotropía del módulo de elasticidad del material, asociado con las diferentes configuraciones de dominios.

## 1.1 Objetivos

### 1.1.1 Objetivo general

Desarrollar modelos por elementos finitos de muestras e indentadores con geometrías diferentes considerando condiciones más cercanas a las reales, que puedan ser utilizados como herramientas que permitan la adecuada descripción teórica y el entendimiento del comportamiento lineal y no-lineal en la zona de contacto, durante la caracterización por nanoindentación de materiales cerámicos.

### 1.1.2 Objetivos específicos

- Obtener el radio de curvatura adecuado de los indentadores utilizados en el sistema de nanoindentación Hysitron Ubi-1 como calibración fundamental, evaluando el efecto de la geometría real del indentador durante el proceso de penetración.

Determinar cuantitativamente las propiedades mecánicas elásticas y elastoplásticas como módulo de elasticidad,  $E$ , y esfuerzo cedencia,  $\sigma_y$ , analizando las curvas  $P-h$  a diferentes condiciones de carga máxima de indentación, y sus respectivas transformaciones a las curvas  $P_m-a/R$ ; así como calcular el esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , proveniente de indentaciones en volúmenes homogéneos en los materiales ferroelásticos de base zirconia.

Desarrollar modelos en 2 y 3 dimensiones mediante el método de elementos finitos para simular el proceso de nanoindentación, incorporando a los modelos MEF la geometría real del indentador, así como las respectivas leyes constitutivas para la adecuada representación de los comportamientos lineales y no-lineales de los diferentes materiales estudiados.

- Cuantificar por nanoindentación y simular por MEF el efecto de la geometría de la estructura del  $\text{BaTiO}_3$ , asociado con los dominios tetragonales ferroelásticos con orientación cristalográfica conocida, sobre las propiedades mecánicas del cerámico como su módulo de elasticidad y esfuerzo de cedencia.

Caracterizar por AFM los fenómenos de deformación alrededor de las huellas de nanoindentación y estudiar sus diferentes comportamientos.



## 2. Marco teórico

### 2.1 Mecánica de contacto

#### 2.1.1 Procedimiento de nanoindentación

El método tradicional de nanoindentación implica forzar un indentador de geometría conocida que penetre en la superficie de un material, mientras que se registran continuamente la carga aplicada sobre el indentador, el desplazamiento de la superficie del material, y el tiempo del experimento. Normalmente los datos se adquieren por lo menos durante un ciclo completo de carga y descarga. Los datos de descarga se analizan de acuerdo al método de Oliver y Pharr (M-O&P) para calcular las propiedades mecánicas del material [4].

La Figura 1 muestra un ciclo típico de carga en función del tiempo y la curva de carga-desplazamiento correspondiente. El segmento de la curva que corresponde al ciclo de carga mide la resistencia del material a la penetración, mientras que el segmento de recuperación de la profundidad del material durante el ciclo descarga está directamente relacionada al grado de plasticidad, y a la deformación con recuperación elástica [4].

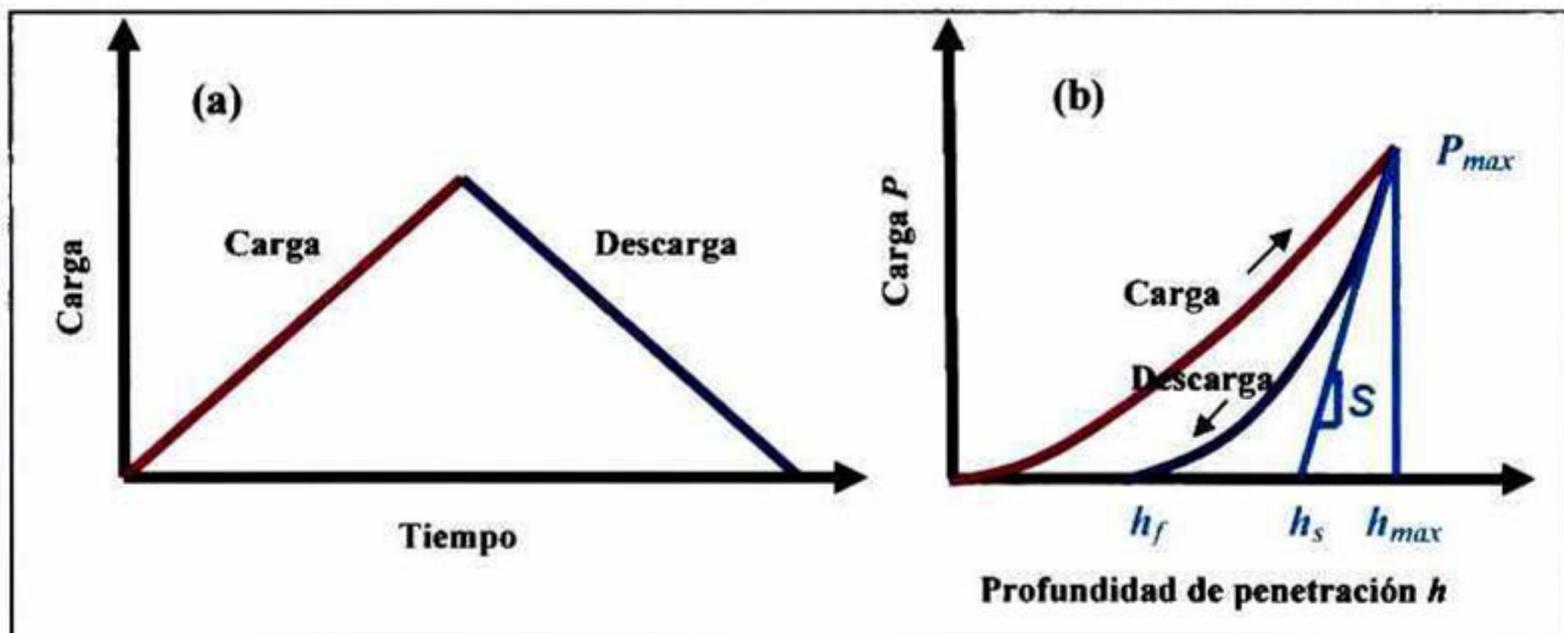


Figura 1. (a) Ciclo típico de indentación. (b) Curva de  $P$ - $h$ .

La curva  $P$ - $h$  junto con los diagramas de esfuerzo-deformación, se pueden considerar como una huella digital de las propiedades mecánicas del material que está siendo estudiado. A partir de la curva de carga-profundidad de penetración se puede obtener la profundidad de penetración a la carga máxima,  $h_{max}$ , la profundidad de penetración después de la descarga o final,  $h_f$ , la profundidad de penetración de la línea tangente a la curva al inicio de la descarga,  $h_s$ , y la rigidez,  $S$ . Los anteriores parámetros son

utilizados para el cálculo de la dureza y el módulo de elasticidad, como se explicará posteriormente.

Un factor importante que influye en las propiedades medidas del material es la geometría de la punta del indentador. En general, los indentadores afilados geoméricamente simétricos (con ángulos que no varían con respecto a la profundidad de penetración) tales como el indentador Berkovich, en forma de pirámide triangular, son útiles cuando se desea medir propiedades a la menor escala posible de deformación. Además, no tiene mayores imperfecciones y es fácil de calibrar. Por lo tanto la relación  $A_c-h_c$  puede ser calculada confiablemente a las cargas más bajas que puede registrar el sistema de nanoindentación. Las propiedades que rutinariamente se determinan con el indentador Berkovich son la dureza y el módulo elástico.

### 2.1.2 Modelo para extraer la dureza y el módulo elástico

Los fundamentos matemáticos para el problema del contacto de indentación, para un cuerpo elástico cargado por un indentador rígido simétrico en el eje, fueron considerados desde hace más de un siglo por Boussinesq [60] y Hertz [1,2]. Love utilizó de igual manera, modelos axisimétricos con muestras deformables puestas en contacto con indentadores rígidos para derivar soluciones para indentadores cilíndricos [61] y cónicos [62]. Sin embargo, una solución más detallado para el problema de contacto fue derivado en 1945 por Sneddon [63], quien estableció un procedimiento analítico para obtener las relaciones entre la carga, el desplazamiento y el área de contacto para un indentador de geometría simple pero simétrico en el eje vertical. La relación de carga-desplazamiento puede ser expresada como:

$$P = B' h^m \quad 1$$

donde  $P$  es la carga aplicada,  $h$  es el desplazamiento total elástico del indentador (profundidad de penetración),  $m$  es un factor que depende de la geometría del indentador y  $B'$  es una constante que depende de las propiedades del material. Stillwell y Tabor [64] experimentaron con indentadores cónicos y revelaron que después de la descarga la impresión era todavía cónica, sin embargo, la profundidad de penetración máxima se había recuperado, resultando en un mayor ángulo interno en la punta. Por lo tanto, las soluciones del contacto elástico podrían ser aplicadas y la plasticidad tomada en cuenta, considerando la forma de la superficie deformada. Con sus resultados, Stillwell y Tabor demostraron que el módulo elástico y el tamaño de la impresión de

contacto podrían ser derivadas adecuadamente a partir del análisis de la curva de descarga y de la cantidad total del desplazamiento recuperado (ver Figura 1).

Otro progreso clave fue la definición del módulo elástico reducido,  $E_r$ , el cual incluye el efecto de indentadores no rígidos en el comportamiento de la curva  $P-h$ , por medio de la siguiente ecuación:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1-\nu^2)}{E} + \frac{(1-\nu_i^2)}{E_i} \quad 2$$

donde  $E$  y  $\nu$  son el módulo elástico o de Young y la razón de Poisson, respectivamente, para la muestra, mientras que  $E_i$  y  $\nu_i$  son los valores correspondientes para el material con el que está fabricado el indentador. Los primeros experimentos para obtener datos de  $P-h$  que pudieron ser utilizados para extraer el módulo elástico, fueron hechos por Bulychev y colaboradores [65], utilizando un equipo de microdureza. Analizando los datos de acuerdo a la ecuación 3:

$$S = \frac{dP}{dh} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c} \quad 3$$

donde  $S$ , es la rigidez de contacto entre el indentador y la muestra, es decir, la pendiente de la porción superior de los datos de descarga (Figura 1), y  $A_c$ , es el área proyectada del contacto elástico que puede obtenerse por distintos métodos, algunos de los cuales serán explicados posteriormente. La ecuación 3 tiene su origen en la teoría de contacto elástico, y fue originalmente derivada para un indentador cónico. Bulychev y colaboradores [65], demostraron que la ecuación 3 podría ser aplicada para indentadores esféricos y cilíndricos. Subsecuentemente, Pharr y colaboradores [66] encontraron que la ecuación 3 aplica para cualquier indentador que pueda ser descrito como un cuerpo de geometría que varíe homogéneamente con la profundidad. Además, King [67], utilizando el método de los elementos finitos, señaló que cuando la ecuación 3 se reescribe como:

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \beta E_r \sqrt{A_c} \quad 4$$

puede ser aplicada a indentadores piramidales de sección transversal cuadrada (tipo Vickers) y de sección transversal triangular (tipo Berkovich), siendo  $\beta$  igual a 1.012 y 1.034, respectivamente para cada indentador.

A finales de los 1980's Doerner y Nix [3], presentaron un método para determinar la dureza y el módulo elástico a partir del análisis de los datos de la curva  $P-h$  utilizando la

ecuación 3. Conociendo el área de contacto,  $A_c$ , la dureza,  $H$ , la cual es equivalente a la presión promedio bajo el indentador, puede ser calculada a partir de:

$$H = \frac{P_{max}}{A_c} \quad 5$$

donde  $P_{max}$  es la carga máxima aplicada por el indentador. Sin embargo el planteamiento anterior no toma en cuenta la recuperación elástica de los materiales. Oliver y Pharr [68] han desarrollado un procedimiento que explica la recuperación elástica expandiendo las suposiciones desarrolladas por Doerner y Nix, y por Loubet y colaboradores [3,69], sin suponer que el indentador tiene una geometría plana. El método expresa la relación de los datos  $P-h$  derivada en la ecuación 1, que funciona para materiales puramente elásticos, de la forma más general como se presenta a continuación:

$$P = B'(h - h_f)^m \quad 6$$

donde el desplazamiento total es ahora modificado por la profundidad de la huella de la indentación, siendo  $h_f$  el desplazamiento final después de completar la descarga, como se muestra esquemáticamente en la Figura 1b. Una desventaja del análisis propuesto por Oliver y Pharr es que la relación sugerida de ley de potencias no toma en cuenta ninguna plasticidad residual presente en un material elastoplástico. Su procedimiento de análisis inicia rescribiendo la ecuación 4 como:

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad 7$$

la cual relaciona el módulo reducido,  $E_r$ , con el área proyectada  $A_c$ , y la rigidez de contacto,  $S$ . Entonces la curva de descarga es ajustada a la relación de ley de potencias de la ecuación 6, donde  $m$  y  $h_f$  son parámetros del ajuste determinados empíricamente. La rigidez de descarga es obtenida por diferenciación de la relación de la curva  $P-h$  justo en la profundidad máxima,  $h=h_{max}$ , llegando a:

$$S = \frac{dP}{dh}(h = h_{max}) = mB'(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad 8$$

La profundidad durante el recorrido a partir del contacto entre el indentador y la muestra, es llamada profundidad de contacto,  $h_c$ , también es estimada a partir de los datos de la curva  $P-h$  a través de:

$$h_c = h_{max} - \varepsilon \frac{P_{max}}{S} \quad 9$$

la ecuación 9 depende de la geometría del indentador, siendo  $\varepsilon = 0.72$  para un indentador cónico,  $\varepsilon = 0.75$  para la punta Berkovich y  $\varepsilon=1$  para un indentador plano.

En la Figura 2 se representa la sección transversal de la huella producida en un material elastoplástico, en donde se observan los perfiles de la superficie de la muestra en el momento en que se aplica la carga y justo después de que se retira, aquí se esquematizan las profundidades que se obtienen de la curva  $P-h$  de la Figura 1.

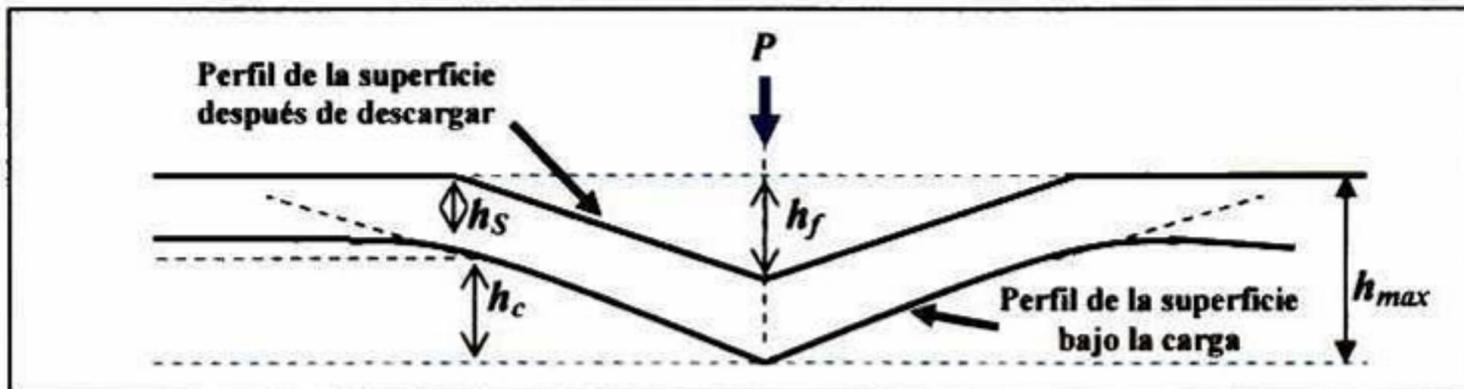


Figura 2. Sección transversal de una huella hecha en un material elástico-plástico.

Una de las ventajas importantes de los métodos de nanoindentación es que no es estrictamente necesario medir el área proyectada a partir de una imagen, sobre todo cuando no se tiene disponible un sistema que pueda producir imágenes lo suficientemente nítidas. En ese caso, el área proyectada de contacto y las propiedades mecánicas pueden ser determinadas a partir de los datos de un ciclo completo de carga y descarga. Los datos de descarga son tratados asumiendo que el desplazamiento recuperado es ampliamente elástico [70].

### 2.1.3 Contacto elástico por teoría de Hertz

Los esfuerzos y deformaciones producidos por el contacto entre dos sólidos elásticos son de particular interés para los ensayos de indentación. El escenario más estudiado es el contacto entre una esfera rígida y una superficie plana, como se muestra en la Figura 3, donde el radio de contacto es  $a$ , la profundidad de penetración total es  $h_{max}$ ,  $h_a$  es la altura de penetración libre de contacto con la muestra, y  $h_c$  es la profundidad de penetración en contacto.

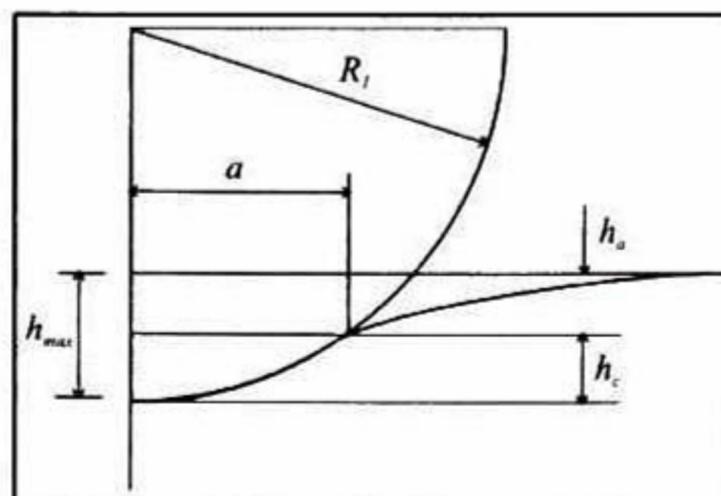


Figura 3. Esquema de contacto entre un indentador rígido y una muestra plana.

Hertz encontró que el radio de contacto,  $a$ , está relacionado con la carga aplicada,  $P$ , el radio del indentador,  $R$ , y el módulo elástico del material,  $E$ , como:

$$a^3 = \frac{3 PR}{4 E_r} \quad 10$$

Si ambos cuerpos en contacto tiene una curvatura, entonces  $R$  en la siguiente ecuación es el radio relativo, donde el radio del indentador es siempre considerado como positivo:

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad 11$$

Sin embargo, si el radio de la curvatura de la muestra es considerando como infinito, es decir  $R_2 \rightarrow \infty$ , entonces el radio del indentador será igual al radio relativo.

En el contacto elástico según el modelo propuesto por Hertz, la deflexión  $h$  de la superficie libre original en los alrededores del indentador está definido como:

$$h = \frac{1}{E_r} \frac{3 P}{2 4 a} \left( 2 - \frac{r^2}{a^2} \right) \quad r \leq a \quad 12$$

Donde  $r$  es la distancia radial medida a partir del eje de simetría. Puede ser derivado de la anterior ecuación, que la profundidad del círculo en contacto debajo de la muestra libre de contacto es la mitad del desplazamiento total elástico. Lo cual implica que la distancia desde la superficie libre de contacto a la profundidad del radio del círculo en contacto a la carga máxima es igual a:

$$h_a = h = \frac{h_{max}}{2} \quad 13$$

La distancia de la mutua aproximación entre los puntos del indentador y de la muestra, puede ser entonces calculada como:

$$\delta' = \left( \frac{3}{4 E_r} \right)^2 \frac{P^2}{R} \quad 14$$

Sustituyendo la ecuación 13 en la 10, la distancia de aproximación mutua puede ser expresada como:

$$\delta' = \frac{a^2}{R} \quad 15$$

Si al contacto con la muestra le es asignado un módulo  $E_r$ , entonces el desplazamiento  $\delta'$  durante la penetración del indentador se considera como el desplazamiento total, entonces la ecuación 14 se puede expresar en términos de  $h_{max}$  como:

$$P = \frac{4}{3} E_r R^{1/2} h_{max}^{3/2} \quad 16$$

donde la ecuación 59 nos permite reproducir la curva  $P-h$  obtenida experimentalmente de forma analítica.

#### 2.1.4 Teoría para transformación de las curvas $P-h$ a la forma $P_m-a/R$

Como se mencionó anteriormente, las propiedades mecánicas comúnmente calculadas mediante la prueba de nanoindentación son la dureza,  $H$ , y el módulo elástico,  $E_r$ , de acuerdo al M-O&P [4], calculadas a partir del análisis de la curva  $P-h$ . La dureza del material se estima mediante la ecuación 5, donde  $P_{max}$  es la carga máxima necesaria para alcanzar el valor constante de  $P_m$  a mayores cargas, y  $A_c$  es el área de contacto a dicha carga. En el mismo ámbito, es determinante la correcta estimación de la geometría de la punta del nanoindentador, a fin de calibrar el radio esférico equivalente,  $R$ . Para el presente estudio, el procedimiento para determinar los radios de las puntas utilizados a partir del análisis experimental será descrito posteriormente.

Considerando el M-O&P, la variación de la profundidad de penetración de contacto,  $h_c$ , puede definirse en función de la profundidad de penetración máxima,  $h_{max}$ , y de la profundidad de penetración residual al final de la descarga,  $h_f$ :

$$h_c = \frac{h_{max} + h_f}{2} \quad 17$$

donde la profundidad de penetración residual,  $h_f$ , es igual a cero, cuando se calculan los valores de  $h_c$  en la curva de carga durante el proceso de nanoindentación. El siguiente paso es calcular el radio de contacto,  $a$ , en función de la profundidad de penetración de contacto, mediante la ecuación 18 [71]:

$$a = \sqrt{2Rh_c - h_c^2} \quad 18$$

Entonces la presión media, denominada como “esfuerzo de indentación”, es calculada durante todo el proceso de carga, tomando en cuenta la variación del radio de contacto,  $a$ , como se expresa en la ecuación 19 [42,72]:

$$P_m = \frac{P}{\pi a^2} \quad 19$$

Finalmente, la “deformación de indentación” se estima como la razón entre el radio de contacto y el radio del indentador, según se indica en la ecuación 20 [42,72]:

$$\frac{a}{R} \quad 20$$

El análisis de contacto Hertziano, provee información fundamental de las propiedades intrínsecas de los materiales sometidos a pruebas de compresión. Específicamente,

permite generar curvas de esfuerzo-deformación de indentación ( $P_m$ - $a/R$ ), a partir de la transformación de las curvas  $P$ - $h$ .

Las curvas esfuerzo-deformación en ensayos de tensión y compresión macroscópicas, se analizan mediante la ley de Hooke, en donde la deformación es proporcional al esfuerzo:

$$\sigma = E\varepsilon \quad 21$$

En el caso de los ensayos de nanoindentación, el análisis del esfuerzo contra la deformación se obtienen mediante las curvas  $P_m$ - $a/R$ . Para ensayos de indentación, la ley de Hooke se adapta mediante la teoría desarrollada por Hertz y Meyer [71] con la ecuación 22. En su análisis, la relación entre el esfuerzo de indentación,  $P_m$ , y deformación de indentación,  $a/R$ , se define en función de una expresión que es linealmente proporcional:

$$P_m = \left( \frac{4E_r}{3\pi} \right) \frac{a}{R} \quad 22$$

Donde el módulo elástico reducido es determinado del ajuste lineal de la curva  $P_m$ - $a/R$  de la siguiente forma:

$$E_r = \pi \left( \frac{3}{4} \right) B \quad 23$$

Aquí la constante,  $B$ , es la pendiente de la curva  $P_m$ - $a/R$ , que se obtiene mediante un ajuste lineal mientras la muestra se mantiene con un comportamiento elástico durante el proceso de nanoindentación.

De acuerdo con Tabor [64], la deformación se puede determinar en los ensayos de indentación mediante las gráficas de  $P_m$ - $a/R$  con la siguiente expresión:

$$\varepsilon = 0.2 \frac{a}{R} \quad 24$$

Una vez relacionadas las teorías anteriores, es posible determinar los esfuerzos relacionados con las presiones de contacto,  $P_m$ , para los materiales ensayados en el proceso de nanoindentación mediante la siguiente ecuación:

$$\sigma = \pi \frac{3}{4} \frac{E}{E^*} 0.2 P_m \quad 25$$

## 2.1.5 Teoría de plasticidad

### 2.1.5.1 Indentación elástica-elastoplástica

Una huella hecha con un indentador piramidal es inicialmente elástica, atribuible a los radios finitos de la punta del indentador, sin embargo produce plasticidad muy

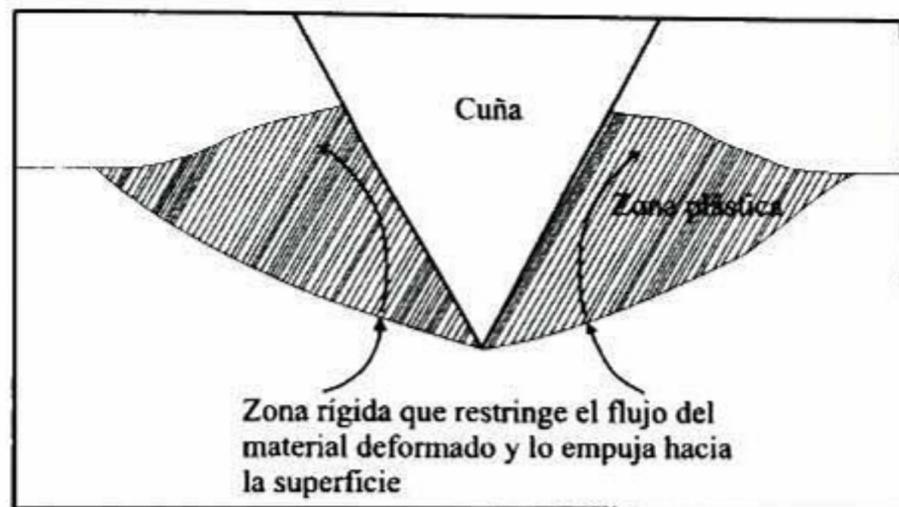
rápida en la muestra con el incremento de la carga, debido a la concentración de esfuerzos en un área pequeña en comparación con el caso de un indentador chato, teniendo como resultado una impresión residual en la superficie de la muestra al retirar la carga aplicada. Como se explicó anteriormente, el campo de esfuerzos asociados a la prueba de nanoindentación piramidal, es comúnmente descrito como si fuera generado mediante una indentación con una punta de geometría esferocónica equivalente que dé la misma relación de los datos  $A_c-h_c$  que la geometría piramidal real, sin embargo, la naturaleza de los campos de esfuerzos ejercidos por las tres caras del indentador piramidal indica que las concentraciones de esfuerzos no son axisimétricos.

El análisis teórico elastoplástico del campo de esfuerzos en una huella formada con un indentador piramidal es difícil, atribuido a la complejidad de la geometría del indentador, y a la naturaleza de la deformación plástica dentro de la muestra.

Debido a que las deformaciones plásticas en indentaciones piramidales son más grandes que las deformaciones elásticas, la indentación es representada generalmente como un proceso donde interactúan dos cuerpos en un contacto rígido-plástico. En el que la deformación elástica sufrida por el indentador puede ser despreciable, mientras que el flujo plástico que sufre el material es gobernado por consideraciones en las cuales interviene la teoría de líneas de flujo.

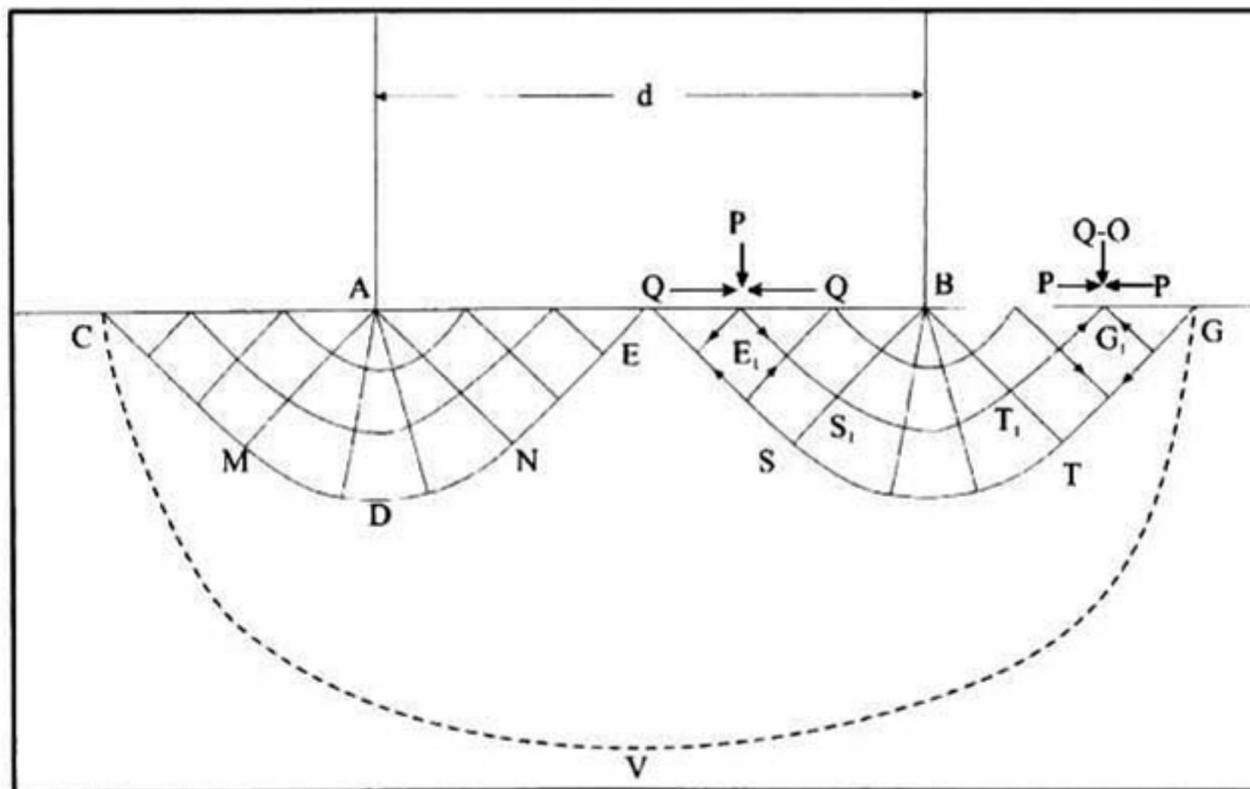
#### **2.1.5.2 Flujo bidimensional lateral para materiales rígidos-ideales plásticos**

Aplicando la teoría de líneas de deslizamiento, se pueden predecir las zonas deformadas plásticamente con esfuerzos de corte,  $\kappa$ , constantes. A las líneas de deformación generadas en el proceso se les denomina líneas de corte. Para poder definir el comportamiento de las deformaciones de manera adecuada, se deben tener en cuenta las condiciones de frontera, criterios de cedencia y suponer que el material indentador es idealmente rígido, además de considerar que el efecto de fricción es mínimo y puede ser despreciable. La anterior teoría ha sido aplicada a varios indentadores rígidos: en forma de cuña [73], o plano [64], y simétricamente axiales como se mostró anteriormente. El desplazamiento lateral del material produce un reborde al lado del indentador (ver Figura 4), debido a que la matriz rígida restringe el flujo del material.



**Figura 4. Flujo bidimensional lateral para materiales ideales rígidos plásticos.**

Los valores de las propiedades predichos por medio de la teoría de las líneas de deslizamiento varían según el tipo de indentador; para ilustrar un poco la teoría planteada, se estudia el caso de la deformación plana de un elemento sometido a esfuerzos principales  $P$  y  $Q$  como se muestra en la Figura 5.



**Figura 5. Patrón de líneas de flujo en un material idealmente plástico deformado por un indentador plano.**

Según el criterio de cedencia de Tresca:

$$2\kappa = \sigma_y \quad 26$$

y como  $P$  y  $Q$  son esfuerzos principales:

$$P - Q = 2\kappa \quad 27$$

De manera general se encuentra que en la zona deformada plásticamente, los esfuerzos se pueden descomponer en una componente hidrostática,  $\rho$ , y una de corte,  $\kappa$ , donde la última componente es la que produce el flujo. Ambas componentes están relacionadas con los esfuerzos principales de la siguiente manera:

$$P = \rho + \kappa \quad 28$$

donde:

$$Q = \rho - k \quad 29$$

Las trayectorias de los esfuerzos de corte son perpendiculares entre sí. A lo largo de una trayectoria en la que no cambie su ángulo  $\Phi$ , el valor de  $\kappa$  es constante, mientras que cuando  $\kappa$  cambia, su valor se puede expresar como:

$$\rho + 2\kappa\Phi = \kappa \quad 30$$

En el caso de un indentador plano prismático mediante el cual se deforma una superficie, se encuentra que la presión  $P$  es uniforme en la zona de contacto y su valor según la ecuación 27 es:

$$P = 2\kappa\left(1 + \frac{\pi}{2}\right) \quad 31$$

Aplicando el criterio de Tresca, se obtiene:

$$P = 2.6\sigma_y \quad 32$$

De manera general, para todo tipo de indentador utilizado, en el caso de alcanzar flujo plástico se encuentra que:

$$P / \sigma_y = C \Rightarrow H = C\sigma_y \quad 33$$

Como es de suponerse el modelo funciona bien en algunos casos, particularmente en materiales con bajo punto de cedencia y alto módulo de elasticidad ( $E/\sigma_y > 100$ ). Régimen llamado como de "Tabor", en el que para el caso de materiales metálicos  $C$  es aproximadamente 3, para cerámicos es 2.6, y en monocristales es de un orden de magnitud superior [74].

Las aproximaciones presentadas indican que la fricción genera un aumento en la presión necesaria para producir el flujo de material, lo que pudiera deberse a que la distribución de la presión ya no es homogénea, debido a que el flujo es más restringido alrededor del eje de simetría elevando la presión de cedencia. Aunque probablemente, también se deba a que se generan esfuerzos de corte en las superficies que se oponen al movimiento del indentador en la dirección axial, por lo que se necesita aplicar más carga para hacer avanzar el indentador. Sin embargo, los efectos de la fricción no han podido ser modelados estrictamente.

### **2.1.5.3 Flujo radial para materiales elastoplásticos (teoría de la cavidad semi-esférica o modo de compresión)**

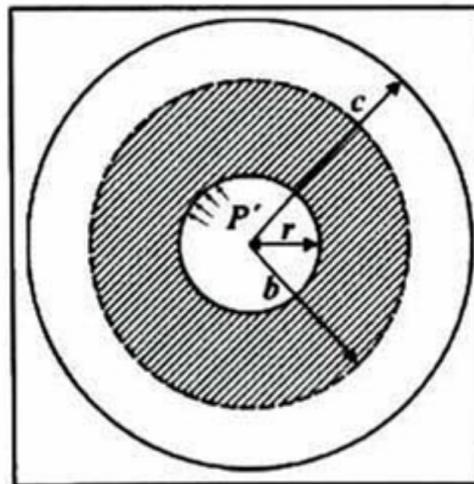
Uno de los modelos que ha sido más utilizados en la teoría de indentación es el de la cavidad esférica, desarrollado hacia los años cincuenta por Hill [73]. Consiste en una

cavidad esférica de radio  $r$  sometida a presión uniforme,  $P'$ , en su interior, contenida en un medio semi-infinito (esfera de radio  $c$  como la mostrada en la Figura 6). El sistema después de cierto valor de presión empieza a deformarse plásticamente. Para la solución, se supone que el endurecimiento por deformación es despreciable, y que fuera de la zona plástica que se extiende hasta un radio,  $b$ , los esfuerzos elásticos se afectan poco por su presencia. Las ecuaciones 34 y 35 modelan el comportamiento del material en coordenadas esféricas.

$$\frac{P'}{\sigma_y} = \frac{2}{3} \left[ 1 + 3 \ln \frac{b}{r} \right] \quad 34$$

$$\frac{E}{\sigma_y} = 3(1-\nu) \left( \frac{b}{r} \right)^3 - 2(1-2\nu) \quad 35$$

donde  $\sigma_y$  es el esfuerzo de cedencia,  $\nu$  la razón de Poisson y  $E$  es el módulo de Young.



**Figura 6.** Cavidad esférica sometida a una presión interna  $P'$ .

En la década de los cincuenta se encontraron evidencias contundentes de que el modelo de flujo lateral para materiales rígidos-plásticos no era adecuado para materiales como el vidrio y algunos polímeros en los cuales la relación  $E/\sigma_y$  es del orden de 10, mucho más pequeño que en materiales metálicos, en los que el orden es de 100. Las evidencias de diferentes comportamientos fueron presentadas por Mulheran y colaboradores [75], quienes encontraron que el patrón de flujo en materiales como el vidrio y polímeros ocurre en dirección radial respecto del eje de simetría del indentador como se muestra en la Figura 7a; además, casi invariablemente e independiente de la geometría del indentador, la zona deformada plásticamente tiene forma semiesférica por debajo de la superficie de contacto. Marsh [76] basado en las investigaciones de Mulhearn [75] y Samuels [77], demostró que el comportamiento de materiales como el vidrio y polímeros podía ser predicho modificando la ecuación 34, es decir, modificando el

modelo de la cavidad esférica sustituyéndola por una semiesfera a la cual se le aplica la presión a través de un indentador piramidal. El modelo modificado supone que:

- La huella de indentación tiene un diámetro  $d=2a$ , modelada como una cavidad semiesférica que está sometida a una presión hidrostática igual a la presión de indentación.

El material ubicado bajo la zona deformada plásticamente es elástico, y se comporta como un “colchón” que permite que los desplazamientos del material deformado se den en forma radial como se muestra en la Figura 7a.

Para facilitar su trabajo, Marsh expresó la ecuación 34 en la siguiente forma:

$$H/\sigma_y = C_1 + C_2 B^* \ln Z \quad 36$$

En la cual  $H$  es la dureza del material,  $\sigma_y$  es el esfuerzo de cedencia,  $B^*$  y  $Z$  son funciones del módulo de Poisson  $\nu$  y del módulo de Young  $E$ , mientras que  $C_1$  y  $C_2$  son constantes que se obtienen empíricamente de la curva  $H/\sigma_y$  vs  $\ln Z$ . Los ajustes hechos por Marsh producen la siguiente expresión:

$$H/\sigma_y = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \frac{E}{3(1-\nu)\sigma_y} \right] \quad 37$$

Una de las implicaciones importantes del modelo de Marsh es que asume que el flujo ocurre radialmente, lo que implica que la cantidad de deformación elástica en la superficie en esa dirección es despreciable, coherente con el tamaño reducido de la zona deformada plásticamente. Como consecuencia, una vez retirada la carga no habrá una reducción del tamaño de la huella. Lo contrario ocurre en la dirección vertical bajo la punta del indentador, en la que se concentra la mayor cantidad de deformación plástica, en donde habrá una recuperación elástica importante.

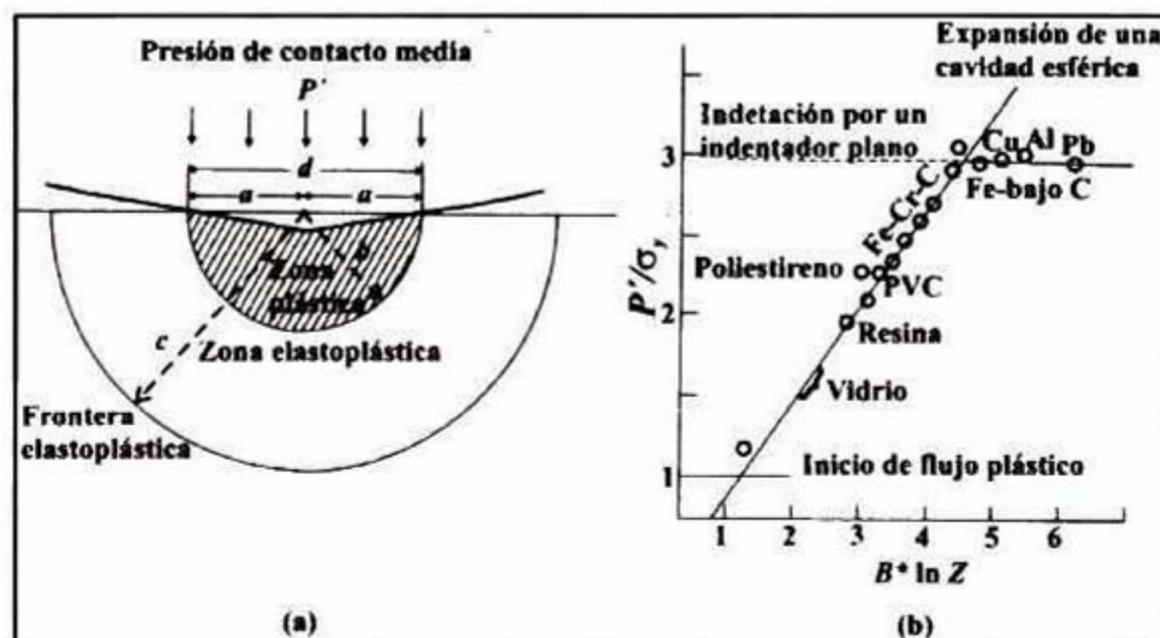


Figura 7. (a) Flujo radial para materiales elastoplásticos (modo de compresión), (b) la línea sólida representa las predicciones de la ecuación 37 y los puntos representan las mediciones experimentales.

Los valores que predice el modelo de la cavidad semiesférica son bastante cercanos a los hallados empíricamente como se muestra en la Figura 7b. También es importante notar que la relación de Tabor para  $H/\sigma_y$ , ya no es constante, sino que depende de otras propiedades como el módulo elástico. Es importante observar que el modelo de la cavidad esférica presenta restricciones a la deformación impuestas por el volumen que la rodea, mientras que en el modelo de la cavidad semiesférica hay una superficie libre sin restricciones. Precisamente, las constantes  $C_1$  y  $C_2$  en la ecuación 36 reflejan la ausencia de tales restricciones. El anterior análisis ha sido tratado con mayor profundidad y de manera semi-empírica por Chiang [78] como se discute más adelante. Por otro lado, el modelo no supone endurecimiento por deformación, fenómeno que sucede en la mayoría de materiales; aunado al efecto de tener una superficie libre de apilamiento de material, cuya presencia depende de la rigidez del material, según lo discutido anteriormente.

Adicionalmente el modelo no tiene en cuenta la influencia de la geometría del indentador, lo cual es importante debido a que está relacionada con el tamaño de la zona plástica; factor que es considerado por Hirst y Howse [79] quienes, en un estudio más amplio, haciendo uso de indentadores tipo cuña, demuestran que los valores de presión aplicados se predicen bien con el modelo de la cavidad cilíndrica sometida a presión uniforme en una matriz elástica semi-infinita [73]. Esos valores son altamente dependientes del ángulo de la punta,  $\theta$ , y de las propiedades elásticas y plásticas del material deformado, en específico de la relación  $E/\sigma_y$ , que entre más alta sea supone mayor rigidez del material.

Según Hirst y Howse, se pueden distinguir cuatro tipos de deformación en una situación de contacto con indentadores tipo cuña: elástica, elastoplástica, plástica-rígida y otra en la cual el modelo de la cavidad cilíndrica predice los valores de  $H/\sigma_y$ , siguiendo el comportamiento predicho por la ecuación 38. En la anterior ecuación,  $m$  disminuye con el ángulo de la punta, o sea que el material deformado se comporta de manera más elastoplástica. Sus resultados se reproducen en la

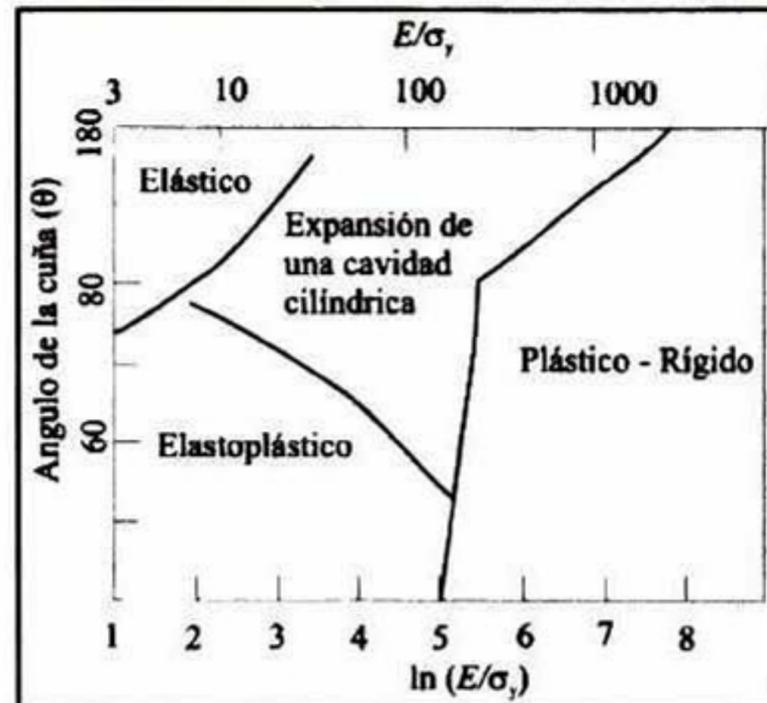
Figura 8.

$$H/\sigma_y = \left[ C + mLn \frac{E}{\sigma_y} \right] \quad 38$$

En la zona deformada plásticamente por puntas en forma de cuña, los esfuerzos varían inversamente con la distancia, mientras que en el caso de indentadores piramidales los

esfuerzos varía con el inverso del cuadrado de la distancia. Por lo tanto la zona deformada plásticamente por cuñas es más pequeña que la obtenida con indentaciones piramidales, lo que implica que las zonas de transición de la

Figura 8 para el caso de indentadores piramidales con el mismo ángulo de la cuña estarán corridas hacia la izquierda.



**Figura 8. Regiones de operación para los diferentes mecanismos de deformación, por contacto con cuñas rígidas.**

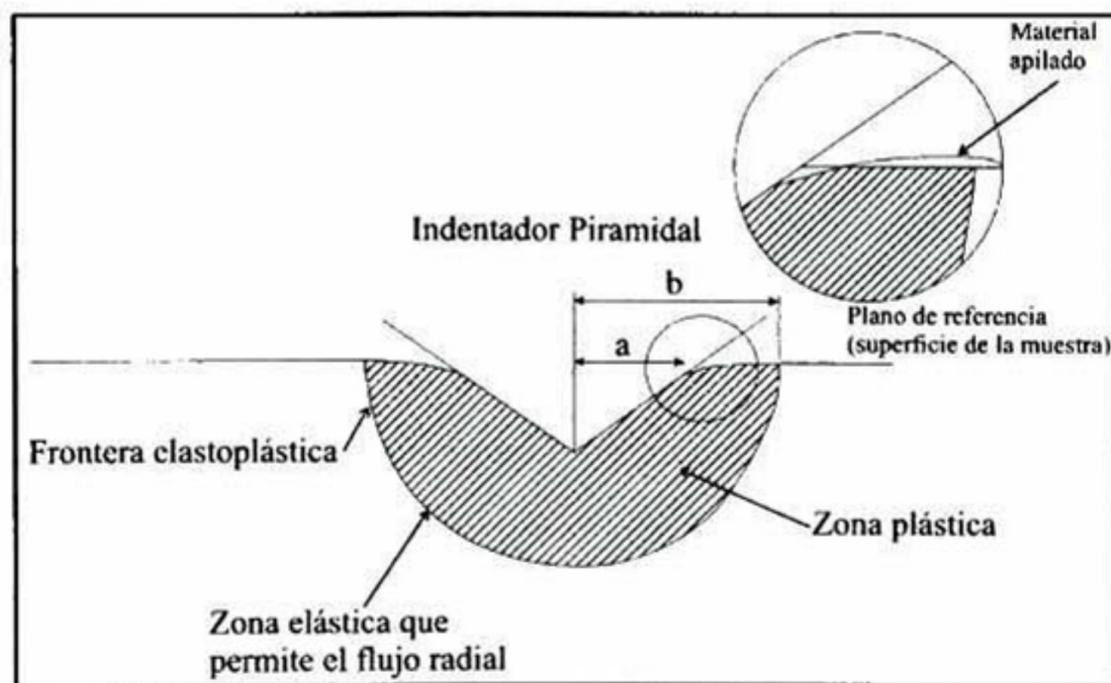
Motivado por los anteriores hallazgos, Johnson (1970) resumió las ideas expuestas anteriormente en un solo modelo [80]. Johnson supone en su investigación que a medida que la indentación avanza se produce una zona llamada “núcleo”, la cual es incompresible y trasmite la presión aplicada por el indentador a la zona inmediatamente adyacente que es deformada plásticamente. Luego se encuentra una zona elastoplástica y finalmente el volumen del material que se comporta elásticamente. El modelo supone flujo radial y la deformación provocada será acomodada en la zona elastoplástica. El modelo de cálculo es el mismo que el usado por Hirst (Cavidad cilíndrica) [79], y la ecuación que produce es parecida a la 36, diferenciándose en los coeficientes y además en que  $C_1$  es también una función de la geometría del indentador, la ecuación obtenida es aplicable para un indentador con geometría cónica:

$$H / \sigma_y = \frac{2}{3} \left[ 1 + \ln \frac{E \cot \theta}{3 \sigma_y} \right] \quad 39$$

En la ecuación 39, se puede reemplazar  $\cot \theta$  por  $a/R$  para indentadores esféricos. La suposición de la existencia de un núcleo no deformado permite predecir los tamaños de la zona plástica. Se asume que el radio del núcleo es igual a la diagonal de la indentación, sin embargo a la hipótesis propuesta no se le asocia sentido físico. Además,

al inicio de la indentación la zona deformada plásticamente no puede tener dimensiones comparables con las de la diagonal, puesto que el tamaño de la zona deformada plásticamente es muy pequeña como lo prevén algunos modelos para el cálculo del tamaño de la zona plástica (Lawn 1980) [81]. El anterior argumento permite inferir que el modelo no es en su totalidad físicamente correcto. También, deben existir pequeñas componentes no hidrostáticas en el núcleo cuyo efecto será el de permitir la deformación plástica y aumentar la presión de contacto, lo que no es tenido en cuenta por Jhonson [27].

A pesar de que el modelo de compresión de la cavidad semiesférica ha sufrido una evolución notoria permitiendo realizar el cálculo de la dureza, su relación con el módulo de elasticidad, y el punto de cedencia de manera bastante aproximada, su uso está condicionado a que el material sea elastoplástico ideal, no obstante, cuando hay endurecimiento por deformación es difícil modelar el comportamiento elastoplástico (Jhonson 1985) [27], ya que las trayectorias de flujo son complejas, produciendo patrones de deformación como los mostrados en la Figura 9.



**Figura 9. Comportamiento de un material real, en el cual el endurecimiento por deformación produce un apilamiento y la zona elástica bajo el indentador permite que la superficie de la probeta se desplace hacia abajo.**

Como generalidad de los modelos vistos hasta aquí, se puede concluir que el comportamiento de deformación de un material bajo indentación depende de: módulo de Young, relación de Poisson, límite de cedencia y geometría del indentador, lo cual, como ya se dijo antes, es muy importante pero difícil de incorporar en los modelos. Basados en la observación de la simetría esférica que se presenta en la deformación elastoplástica, independientemente del indentador usado, en el presente trabajo se han

planteado diferentes modelos numéricos que tratan de explicar el contacto durante la indentación elastoplástica con endurecimiento por deformación.

#### 2.1.5.4 Criterio de cedencia

El proceso de indentación fue simulado en dos pasos, un primer paso de carga y un segundo paso de descarga. A través del primer paso, la superficie rígida del indentador fue movida a lo largo de la dirección  $-Y$  penetrando la muestra, deteniéndose una vez alcanzado el máximo desplazamiento. Durante el segundo paso, el indentador regresa a la posición inicial.

Debido a que el endurecimiento por deformación fue considerado en el presente estudio, todas las muestras fueron asumidas como materiales isotrópicos y elastoplásticos. Tal modelado requiere de la selección de un “criterio de cedencia” y una “ley de endurecimiento”, entonces el criterio von Mises/Hill [73] y la ley de endurecimiento por deformación se utilizaron en los modelos MEF de nanoindentación. En el criterio de cedencia de von Mises con la regla de endurecimiento por deformación asociada, ya sea descrita con una curva esfuerzo-deformación bilineal o multilineal, el esfuerzo equivalente se define como:

$$\sigma_e = \left[ \frac{3}{2} \{s\}^T [M] \{s\} \right]^{\frac{1}{2}} \quad 40$$

donde  $\{s\}$  es el tensor de esfuerzos deviatoricos:

$$\{s\} = \{\sigma\} - \sigma_m [1 \ 1 \ 1 \ 0 \ 0 \ 0]^T \quad 41$$

y  $\sigma_m$  es el esfuerzo hidrostático:

$$\sigma_m = \frac{1}{3} (\sigma_x + \sigma_y + \sigma_z) \quad 42$$

Entonces, cuando  $\sigma_e$  es igual al esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$ , se asume que el material tiene comportamiento plástico.

El criterio de cedencia se define con la siguiente relación:

$$F = \left[ \frac{3}{2} \{s\}^T [M] \{s\} \right]^{\frac{1}{2}} - \sigma_y = 0 \quad 43$$

donde,  $\sigma_y$  es definido en función de la cantidad de trabajo realizado, y  $[M]$  se expresa como:

$$[M] = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 2 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 2 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 2 \end{bmatrix} \quad 44$$

Para el estudio del criterio de cedencia, es también conveniente definir los esfuerzos equivalentes o esfuerzos von Mises,  $\sigma_e$ , en función de los esfuerzos cortantes máximos,  $\tau_{max}$ . Entonces tenemos que el criterio de cedencia en materiales bajo condiciones de cargas multiaxiales se define como:

$$\sigma_e = \sqrt{3J_2}$$

$$\sigma_e = \frac{(\sigma_{11} - \sigma_{22})^2 + (\sigma_{22} - \sigma_{33})^2 + (\sigma_{11} - \sigma_{33})^2 + 6(\sigma_{12}^2 + \sigma_{23}^2 + \sigma_{31}^2)}{2}$$

$$\sigma_e = \frac{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2}{2} \quad 45$$

$$\sigma_e = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ji}}$$

donde  $s_{ij} s_{ji}$  son los componentes del tensor de esfuerzos deviatoricos.

En el caso de esfuerzos,  $\sigma_{12} = \sigma_{21} \neq 0$ , y los demás esfuerzos  $\sigma_{ij} = 0$ , el criterio de von Mises puede expresarse en la forma alternativa:

$$\tau_{max} = \frac{\sigma_y}{\sqrt{3}} \quad 46$$

Mientras que para el caso de los esfuerzos planos,  $\sigma_3 = 0$ , el criterio de von Mises es:

$$\sigma_1^2 - \sigma_1 \sigma_2 + \sigma_2^2 = \sigma_y^2 \quad 47$$

La anterior ecuación representa una elipse en el plano  $\sigma_1 - \sigma_2$ , la cual determina el comportamiento de la cedencia en función de los esfuerzos principales según el criterio de von Mises, como se muestra en la Figura 10.

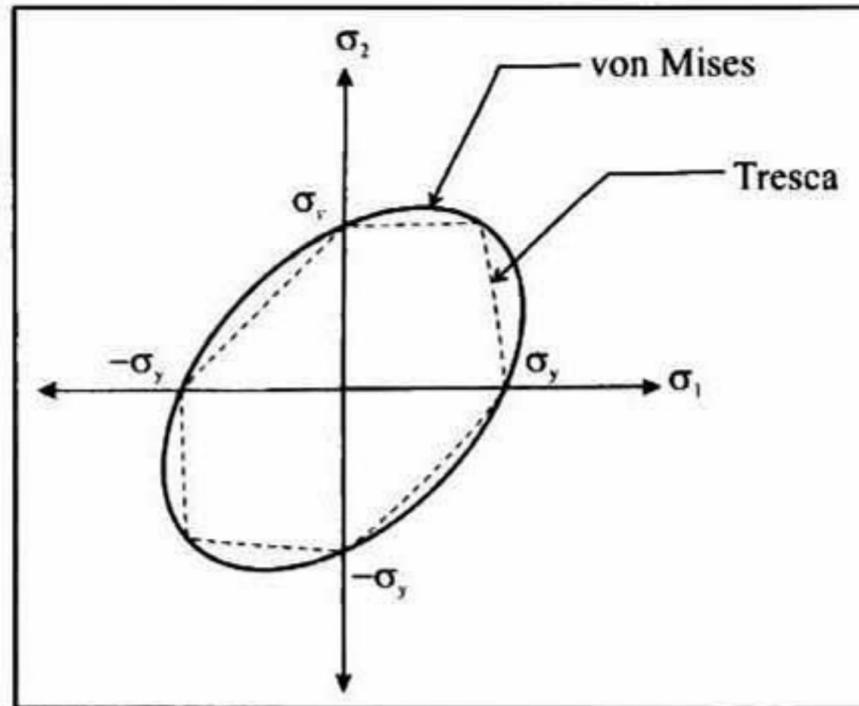


Figura 10. Proyección del criterio de cedencia tipo von Mises, dentro del plano  $\sigma_1, \sigma_2$ .

### 2.1.5.5 Endurecimiento por deformación

La regla de endurecimiento describe el cambio de la superficie de cedencia con una cedencia progresiva en función de los esfuerzos principales, por lo tanto las condiciones de los estados de esfuerzos para subsecuentes superficies de cedencia pueden ser establecidas como se esquematiza en la Figura 11.

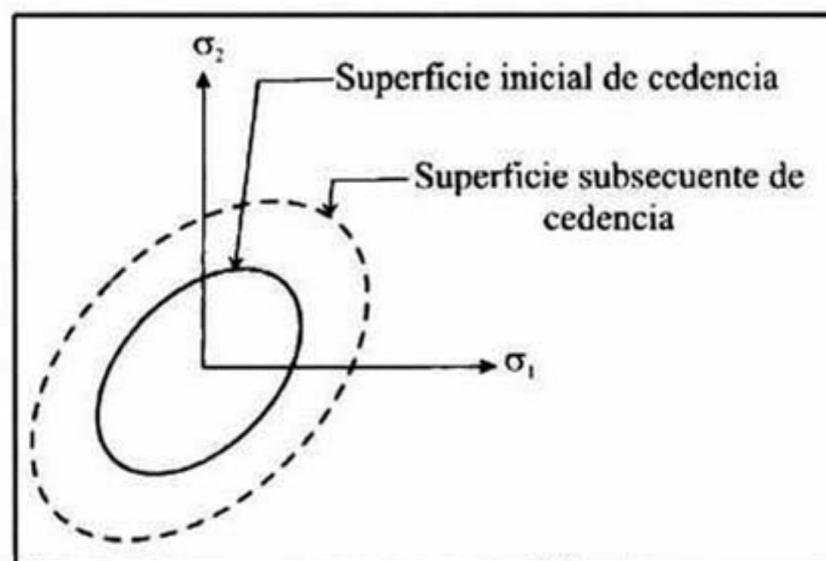


Figura 11. Endurecimiento por deformación isotrópico.

Basado en la teoría presentada en la sección previa, la deformación plástica es calculada con la siguiente expresión.

$$F(\{\sigma\}, \kappa, \{\zeta\}) = 0$$

48

donde:

$\kappa$ =trabajo plástico

$\{\zeta\}$ =cambio o translación de la superficie de cedencia

Específicamente, el trabajo plástico durante el proceso de carga se define como:

$$\kappa = \int \{\sigma\}^T [M] \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 49$$

y la translación o cambio de la superficie de cedencia está dado por:

$$\{\zeta\} = \int G \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 50$$

donde:

$\{\zeta\}$  = esfuerzos de endurecimiento

$G$  = constante en función de los parámetros del material y geometría del elemento en estudio

$d\varepsilon^{pl}$  = incremento de las deformaciones plásticas

La ecuación 48, puede ser diferenciada de manera que la condición de consistencia es:

$$dF = \left\{ \frac{\partial F}{\partial \sigma} \right\}^T [M] \{d\sigma\} + \frac{\partial F}{\partial \kappa} d\kappa + \left\{ \frac{\partial F}{\partial \zeta} \right\}^T [M] \{d\zeta\} = 0 \quad 51$$

Notando que de la ecuación 49 que:

$$d\kappa = \{\sigma\}^T [M] \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 52$$

y de la ecuación 50:

$$\{d\zeta\} = G \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 53$$

entonces la ecuación 51 se puede expresar como:

$$\left\{ \frac{\partial F}{\partial \sigma} \right\}^T [M] \{d\sigma\} + \frac{\partial F}{\partial \kappa} \{\sigma\}^T [M] \{d\varepsilon^{pl}\} + G \left\{ \frac{\partial F}{\partial \zeta} \right\}^T [M] \{d\varepsilon^{pl}\} = 0 \quad 54$$

Los incrementos de los esfuerzos pueden ser calculados vía las relaciones de esfuerzo-deformación elásticas:

$$\{d\sigma\} = [D] \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 55$$

donde:

$[D]$  = matriz de esfuerzo-deformación

con:

$$\{d\varepsilon^{el}\} = \{d\varepsilon\} - \{d\varepsilon^{pl}\} \quad 56$$

Debido a que el incremento de las deformaciones totales puede ser dividido en la parte elástica y plástica, la ecuación de flujo plástico puede expresarse como:

$$\{d\varepsilon^{pl}\} = \lambda \left\{ \frac{\partial Q}{\partial \sigma} \right\} \quad 57$$

donde:

$\lambda$  = constante plástica (la cual determina la cantidad de deformación plástica)

$Q$  = función de esfuerzos en términos del potencial plástico (el cual determina la dirección de la deformación plástica)

Si  $Q$  es la función de cedencia, la regla de flujo es denominada asociativa y la deformación plástica ocurre en una dirección normal a la superficie de cedencia.

Sustituyendo la ecuación 57 en la ecuación 51 y 53, y combinando la ecuación 51, 52 y 53 se tiene que:

$$\lambda = \frac{\left\{ \frac{\partial F}{\partial \sigma} \right\}^T [M \mathbf{I} D] \{d\varepsilon\}}{-\left\{ \frac{\partial F}{\partial \kappa} \right\} \{\sigma\}^T [M] \left\{ \frac{\partial Q}{\partial \sigma} \right\} - G \left\{ \frac{\partial F}{\partial \zeta} \right\} [M] \left\{ \frac{\partial Q}{\partial \sigma} \right\} + \left\{ \frac{\partial F}{\partial \sigma} \right\}^T [M \mathbf{I} D] \left\{ \frac{\partial Q}{\partial \sigma} \right\}} \quad 58$$

El tamaño del incremento de la deformación plástica se relaciona por lo tanto, con el incremento total de deformaciones, al presente estado de esfuerzos, y a las formas específicas de las superficies de cedencia y potenciales. El incremento de las deformaciones plásticas es entonces calculado usando la relación 57.

### 2.1.6 Teoría de distribución de esfuerzos elásticos y elastoplásticos

Las ecuaciones de contacto elástico descrita anteriormente, constituyen la base de métodos de análisis para las pruebas de nanoindentación, incluso si se experimenta con la deformación plástica en la muestra. El análisis original de Hertz que concierne a la forma de la distribución de la presión entre dos esferas en contacto, se describe con la relación analítica:

$$\frac{\sigma_z}{P_m} = -\frac{3}{2} \left( 1 - \frac{r^2}{a^2} \right)^{1/2} \quad 59$$

En la ecuación 59,  $\sigma_z$  es la presión normal debajo del indentador esférico, el cual es normalizado en función de la presión media efectiva de contacto,  $P_m$ . Una expresión analítica para la distribución de esfuerzos en los puntos generales en el espacio de la muestra es difícil de obtener, ya que las ecuaciones de deducción requieren integración elíptica. En la actualidad, no hay una teoría de análisis analítico disponible en la que en

general, se describa la distribución de esfuerzos justo por debajo del indentador en un contacto elastoplástico, ya que dichas ecuaciones no pueden ser resueltas para todas las coordenadas, considerando entonces sólo las coordenadas más convenientes, por ejemplo,  $Z = 0$  o  $r = 0$ . Dada la complejidad de un análisis analítico, aunado a que resultados por simulación de elementos finitos han sido comparados con los datos de contacto elastoplástico calculados mediante los modelos analíticos, y mostraron desviaciones en los resultados [71], es convenientemente por lo tanto el uso del método de elementos finitos para el análisis de la distribución de esfuerzos generados en un proceso de nanoindentación.

### 2.1.7 Teoría del método de elementos finitos

Las ecuaciones básicas de campo para el método de elementos finitos (Cook, 1989) [82] pueden ser desarrolladas desde el principio de trabajo virtual:

$$\int_V \delta \varepsilon_{ij} \sigma_{ij} dV = \int_S \delta u_i T_i dS \quad 60$$

Donde  $\delta(\cdot)$  indica una variación virtual. Las condiciones de frontera son:

$$\begin{aligned} n_i \sigma_{ij} &= T_j^0 \text{ en } S_T \\ u_i &= u_i^0 \text{ en } S_u \end{aligned} \quad 61$$

Aquí la tracción  $T^0$  se aplica en la superficie  $S_T$ , y  $u^0$  se da en las superficies libre de tracción  $S_u$  con  $S_u + S_T = S$ . En una notación matricial, los componentes de desplazamiento de  $u$  pueden ser escritos en términos de las interpolaciones del elemento finito como:

$$\begin{Bmatrix} u_1 \\ u_2 \\ u_3 \end{Bmatrix} = [N] \{u_N\} \quad 62$$

donde la matriz  $[N]$  contiene funciones de interpolación y el vector  $\{u_N\}$  contiene los desplazamientos para todos los puntos nodales en la malla de elementos finitos. Las deformaciones para cada elemento en  $\{\varepsilon\}$  están dadas por un vector columna como:

$$\{\varepsilon_{11} \ \varepsilon_{22} \ \varepsilon_{33} \ 2\varepsilon_{23} \ 2\varepsilon_{13} \ 2\varepsilon_{12}\}^T = \{\varepsilon\} = [B] \{u_N\} \quad 63$$

donde la matriz de interpolación  $[B]$  resulta de la diferenciación de  $[N]$ . En forma discreta, la ecuación 60 se escribe:

$$\int_V [B]^T \{\sigma\} dV = \int_S [N]^T \{T\} dS \quad 64$$

donde  $\{\sigma\}$  es un vector columna el cual contiene las componentes de esfuerzos en el mismo orden del vector  $\{\varepsilon\}$ ,  $\{T\}$  es  $\{T_1 \ T_2 \ T_3\}^T$  y el superíndice  $\{\}^T$  se entiende como la

transpuesta de una matriz o vector de la fuerza aplicada. El requerimiento de la ecuación 60 que debe ser cierta para todas las variaciones virtuales de los desplazamientos nodales, ha sido considerada para eliminar  $\{\delta u_N\}$ . Usando la ecuación constitutiva de la ecuación 65, la cual describe la ley de elasticidad para el material:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \epsilon_{kl} \quad 65$$

donde  $C_{ijkl}$ , es el tensor elástico,  $\epsilon_{ijkl}$  es la deformación, y entonces las ecuaciones de elemento finito nos da:

$$[K] \{u_N\} = \{F\} \quad 66$$

Donde  $[K]$  es la matriz de rigidez,  $\{F\}$  es la carga nodal debido a la tracción  $T$  en  $S$ . La matriz de rigidez  $[K]$  y el vector columna  $\{F\}$  se definen como:

$$[K] = \int_V [B]^T [C] [B] dV \quad 67$$

$$\{F\} = \int_S [N]^T [T] dS \quad 68$$

Donde  $[C]$  es la matriz de las constantes elásticas lineales tales como:

$$\{\sigma\} = [C] \{\epsilon\} \quad 69$$

Un tratamiento más detallado de la teoría del método de elementos finitos puede ser encontrado en el trabajo realizado por Cook [82].

## 2.1.8 Teoría de ferroelasticidad en cerámicos base zirconia con fase tetragonal

### 2.1.8.1 Tetragonalidad

En la Figura 12, se muestra un esquema de las características de las estructuras cristalinas de la zirconia en las fases estudiadas en este trabajo. En la estructura tetragonal, ver Figura 12a, los cationes de zirconia,  $Zr$ , se sitúan en una celda tetragonal centrada en el interior, y los aniones de oxígeno,  $O$ , forman un octaedro de coordinación en su contorno, mientras que en la estructura que se muestra en la Figura 12b, la relación de radios iónicos da lugar a la coordinación cúbica, en ella los cationes  $Zr$  se ubican en el centro de un cubo formado por iones  $O$ . En donde la relación de los parámetros de la red,  $\bar{c}/\bar{a}$ , es la que determina que tan alta es la tetragonalidad de la estructura cristalina [28].

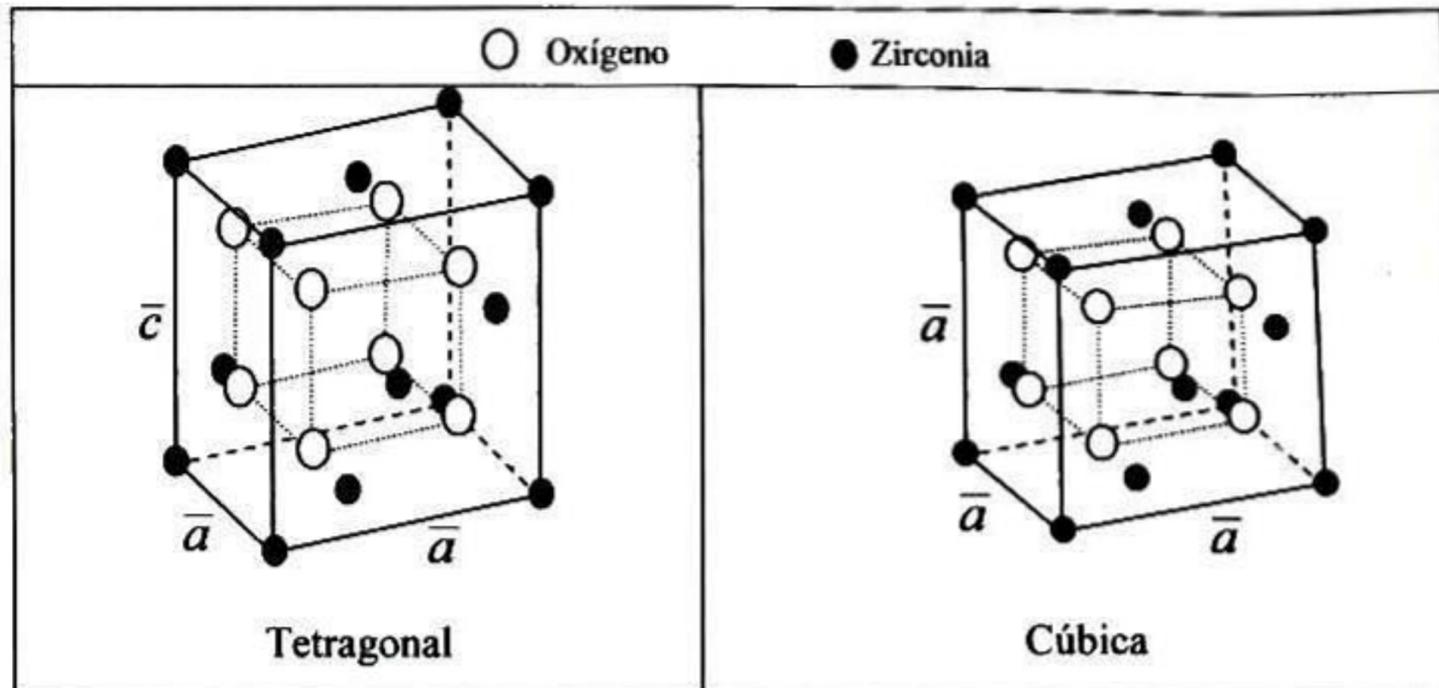


Figura 12. Esquema de las estructuras cristalinas del material cerámico base zirconia con fase (a) tetragonal y (b) cúbica.

Un análisis para obtener la relación que existe entre la razón  $\bar{c}/\bar{a}$  de los parámetros de la celda tetragonal, y el ángulo de las deformaciones que se presentan en los materiales cerámicos, en particular en las huellas residuales obtenidas por nanoindentación, es posible al considerar la deformación de una colonia de dominios actuando en conjunto con las paredes de dominios vecinas, como se esquematiza en la Figura 13 [83].

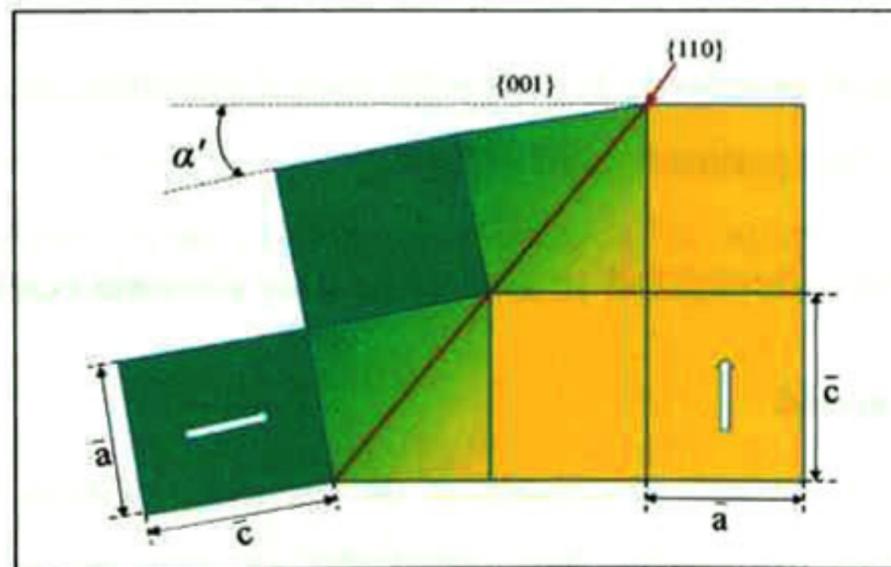


Figura 13. Esquema de inclinación de una colonia de dominios debido a la combinación de deformaciones afectadas por el re-direccionamiento de las celdas unitarias.

Donde el ángulo de inclinación de la superficie deformada, por ejemplo en la dirección (110), la cual originalmente se encontraba orientada en la dirección (001), puede ser determinada mediante la siguiente relación.

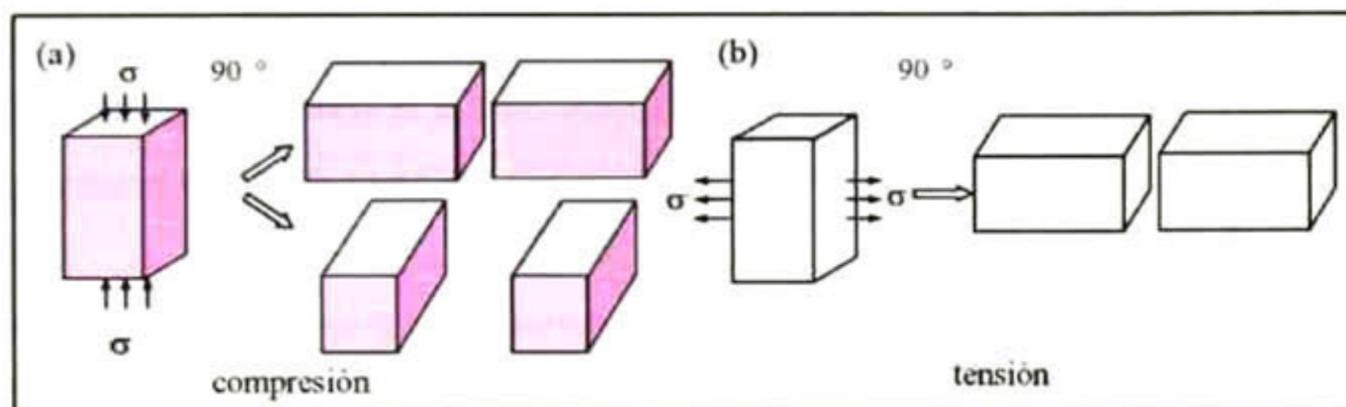
$$\alpha' = 2 \arctan \frac{\bar{c}}{\bar{a}} - 90^\circ$$

70

### 2.1.8.2 Ferroelasticidad

El fenómeno de ferroelasticidad sólo se presenta en los materiales con fase no transformable, por ejemplo zirconia con fase (t'), mientras que la zirconia con fase cúbica no presenta re-direccionamiento ferroelástico.

La re-orientación de las celdas unitarias tetragonales permite la absorción de energía mecánica. El re-direccionamiento de las celdas unitarias conduce a una deformación,  $\epsilon$ , durante un esfuerzo constante aplicado,  $\sigma$ , donde el sentido de la tensión o compresión se puede invertir por otro esfuerzo mecánico aplicado correctamente [30]. En la Figura 14a y b, se presenta la influencia mecánica de los dominios ya sea en un ensayo de compresión, que es el caso de nanoindentación o el ensayo de tensión, respectivamente. En donde se ejemplifica cómo se llevan a cabo las posibles direcciones de re-direccionamiento de dominios (fenómeno definido en inglés como "switching").



**Figura 14. Influencia mecánica de los dominios (a) en un ensayo de compresión (nanoindentación) y (b) en ensayo de tensión.**

Como anteriormente se mencionó, los cerámicos de base zirconia tienen propiedades físicas de gran interés tecnológico que le dan el carácter de multifuncionalidad. Entre sus propiedades incluyen elevados valores de dureza, resistencia al desgaste y baja conductividad térmica [34,35]. Sin embargo, existen fenómenos en los cerámicos de base zirconia que aún quedan por entender. Por ejemplo, se tiene la hipótesis que la arquitectura y naturaleza de los dominios tienen consecuencias directas sobre las propiedades mecánicas de los cerámicos ferroelásticos [30-41]. Al respecto, se han realizado estudios donde se pretende demostrar cómo el re-direccionamiento de dominios puede ser un mecanismo de reforzamiento de cerámicos como los de base zirconia con fase (t'), cuando a los cerámicos se le somete a esfuerzos que provoquen la re-orientación de los dominios de la estructura del material.

El mecanismo para el incremento de la tenacidad a la fractura ha sido examinado por Evans y colaboradores [36-38]. Donde la deformación ferroelástica consiste en la re-orientación de los dominios tetragonales en la zona del campo de esfuerzos aplicados

[41], alrededor de una grieta como se esquematiza en Figura 15. El cambio de la orientación de dominios se produce cuando el esfuerzo aplicado supera el esfuerzo coercitivo,  $\sigma_c$ . La re-orientación de las celdas unitarias tetragonales permite la absorción de la energía mecánica, conduciendo a una deformación,  $\varepsilon_c$ , donde puede ser invertido el sentido de las celdas mediante la aplicación de un esfuerzo mecánico en la dirección correcta [30]. Específicamente, el mecanismo de re-direccionamiento de dominios ferroelásticos en torno a la punta de una grieta genera una relajación en el campo de esfuerzos. En el esquema de la Figura 15, se representa a una grieta en paralelo a la superficie de una muestra en movimiento a través de un material 7YSZ, con lo que el eje  $\bar{c}$  de las celdas unitarias re-direcciona  $90^\circ$  a consecuencia de los esfuerzos que se forman debido a la creación de nuevas superficies, de tal manera que el cambio será favorable para la relajación de los esfuerzos aplicados. La energía necesaria para cambiar la orientación de los granos y el campo de esfuerzos residuales de la zona de proceso, puede contribuir al incremento de la tenacidad a la fractura en el cerámico con fase (t') en función de su tetragonalidad como se muestra en la siguiente ecuación:

$$\Delta\Gamma = 2fh\sigma_c\varepsilon_c \quad 71$$

donde:

$f$ =fracción del volumen re-direccionado

$h$ =ancho de la zona del proceso

$\sigma_c$ =esfuerzo coercitivo

$\varepsilon_c$ =deformación por re-direccionamiento definida como:

$$\varepsilon_c = \frac{2}{3} \Delta \frac{\bar{c}}{a} \quad 72$$

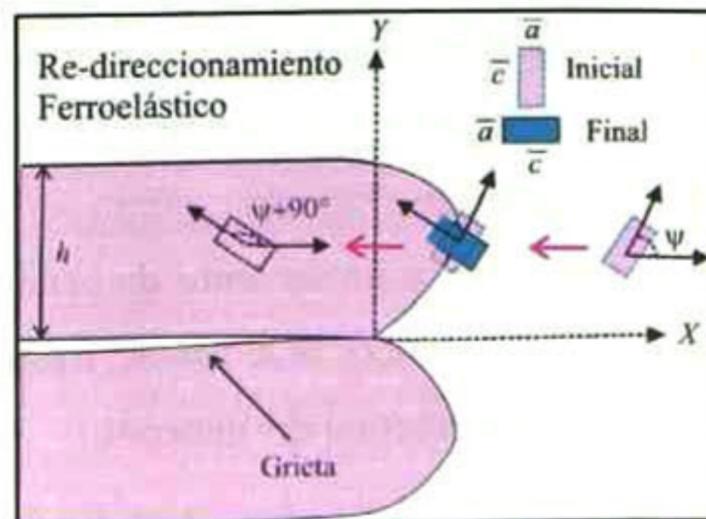
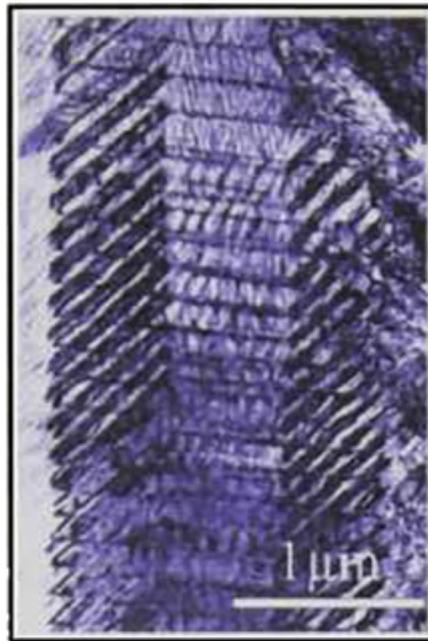


Figura 15. Mecanismo de incremento de tenacidad a la fractura por re-direccionamiento de dominios.

Particularmente, Baither [41] desarrolló una ley constitutiva que describe cómo el fenómeno ferroelástico afecta el comportamiento de deformación del material cerámico base zirconia, cuando se le somete a una prueba de compresión uniaxial. En dicha referencia, se estudio una pieza cerámica policristalina  $ZrO_2-3 \text{ mol\% } Y_2O_3$  con fase tetragonal ( $t'$ ), con dimensiones de 2mm x 2mm x 8mm, donde fue deformada en compresión macroscópica a lo largo de una orientación (100) (ver Figura 16), a varias temperaturas entre los 500° y los 1400°C.



**Figura 16. Micrografía por barrido electrónico de dominios y colonia de dominios del material cerámico sometido a compresión uniaxial.**

La curva esfuerzo-deformación que se muestra en Figura 17, obtenida en el trabajo de Baither, experimentalmente mostró en un segmento de la gráfica un comportamiento casi horizontal correspondiente a las deformaciones ferroelásticas una vez alcanzado el esfuerzo coercitivo,  $\sigma_c$ , con un valor alrededor de los 625MPa, con cuatro eventos de re-direccionamientos en el material ( $R1-R4$ ), donde se pudo determinar una deformación coercitiva,  $\Delta\epsilon_c$ , o de transformación de entre 0.03 a 0.047. Una vez que se completaron los posibles re-direccionamientos de los dominios bajo esfuerzos coercitivos, el material cerámico nuevamente presentó un comportamiento similar a la deformación elástica inicial, seguido de una deformación plástica a altos valores de esfuerzo, teniendo el esfuerzo de cedencia del material,  $\sigma_y$ , un valor aproximado de 1350MPa. Sin embargo, las deformaciones en los experimentos fueron detenidos a deformaciones relativamente bajas con la finalidad de prevenir fracturas, por lo tanto el comportamiento de endurecimiento por deformación no fue estudiado. [41]

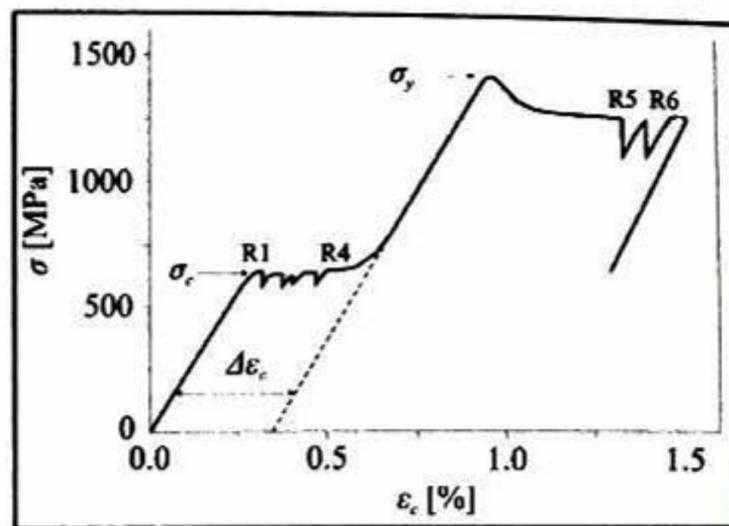


Figura 17. Curva esfuerzo-deformación con comportamiento ferroelástico y plástico para el cerámico zirconia a 500°C ( $\epsilon$  es la deformación total,  $\Delta\epsilon_c$  deformación de transformación,  $\sigma_c$  esfuerzo coercitivo,  $\sigma_y$  esfuerzo de cedencia plástica, y R1-R6 relajación de esfuerzos).

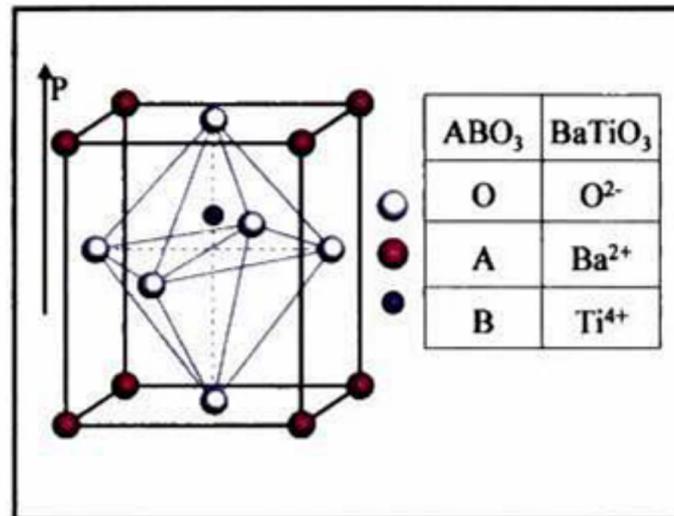
Finalmente, la microestructura de los dominios tetragonales después de la deformación ferroelástica fueron estudiados por TEM, y como era de esperarse, la deformación ferroelástica suprimió la variante tetragonal del eje-c paralela a la dirección de la carga como se propone en la Figura 14, mientras que la secuencia original de dominios individuales fue destruida.

### 2.1.9 Titanato de Bario

En el material  $\text{BaTiO}_3$ , la ferroelasticidad aparece debido a una distorsión en la red cristalina. La distorsión se refiere a que los iones que conforman una celda unitaria del material están desplazados levemente unos de otros, tales desplazamientos son menores a 1 Å (un angstrom), es decir, 10 mil veces menores al micrómetro. Su fase cristalográfica se encuentra en la llamada fase ferroeléctrica-ferroelástica. Por lo tanto, la ferroelasticidad de un material depende de la estructura cristalina y de la temperatura. Cuando se aplica un esfuerzo externo al material, ya sea eléctrico o mecánico, los dipolos del material se alinearán en dirección del esfuerzo aplicado, pero cuando se deja de aplicar el esfuerzo mecánico no todos los dipolos vuelven a su estado de mínima energía, muchos quedan apuntando en la dirección en que el esfuerzo se había aplicado, ésta es la propiedad clave de los materiales ferroelásticos. Es decir, los ferroelásticos presentan una deformación sin tener un esfuerzo externo aplicado.

El Titanato de Bario es en la actualidad el material ferroeléctrico-ferroelástico mas estudiado, debido a la estructura que el material posee a temperatura ambiente, el cual lo hace prometedoramente un material con el cual se pueden explicar diversos fenómenos de ferroelasticidad. El Titanato de Bario se caracteriza por ser química y mecánicamente muy estable, exhibe propiedades ferroelásticas a temperatura ambiente y puede ser

preparado de manera sencilla y usado en forma de cerámico policristalino. La estructura general del Titanato de Bario a la temperatura de Curie ( $T_c=120^\circ\text{C}$ ) es de tipo Perovskita, la cual se esquematiza en la Figura 18, con una estructura cúbica por encima de su  $T_c$ , la cual lo hace no polar y no piezoeléctrico. Sin embargo podemos encontrar al Titanato de Bario en distintas fases dependiendo de la temperatura a la que el cerámico se encuentre.



**Figura 18.** Estructura tipo perovskita, propia del Titanato de Bario a  $T_c$ .

Por debajo de la temperatura de Curie y hasta  $5^\circ\text{C}$ , el material se vuelve polar cuya dirección va en el eje  $\bar{c}$  y muestra una simetría tetragonal, donde la dirección polar es paralela a  $\langle 100 \rangle$ . Sin embargo el  $\text{BaTiO}_3$  por debajo de  $5^\circ\text{C}$  y hasta  $-90^\circ\text{C}$  observamos una fase ortorrómbica cuya dirección de polarización se presenta en  $\langle 110 \rangle$ . De  $-90^\circ\text{C}$  hasta el congelamiento la fase cambia a romboédrica y el eje polar se define en la dirección  $\langle 111 \rangle$  [84].

### 2.1.10 Dominios ferroeléctricos-ferroelásticos.

La estructura de dominios del  $\text{BaTiO}_3$  y algunos cerámicos han sido sujetos a muchos estudios. Es importante saber la configuración de dominios en un sistema de coordenadas tridimensional, para entender los mecanismos de re-direccionamiento de los dominios bajo la aplicación de campos eléctricos o mecánicos externos. Con el análisis de la información cristalina, se pueden interpretar los mapas de dominios caracterizados por las técnicas de microscopia de fuerza atómica (PFM), que proporcionan información acerca de los componentes de un vector de polarización en diferentes imágenes [85].

La propuesta más completa en cuanto a identificación de dominios con respecto a su orientación en una configuración espacial la realizó Arlt y colaboradores [86]. La configuración espacial de dominios de tipo  $\alpha$  (en donde la carga neta del cristal es igual

a cero) es mostrada en la Figura 19, con un cubo el cual es generado por la intersección de paredes de dominios con las fases del cubo, indicando su dirección de polarización [86].

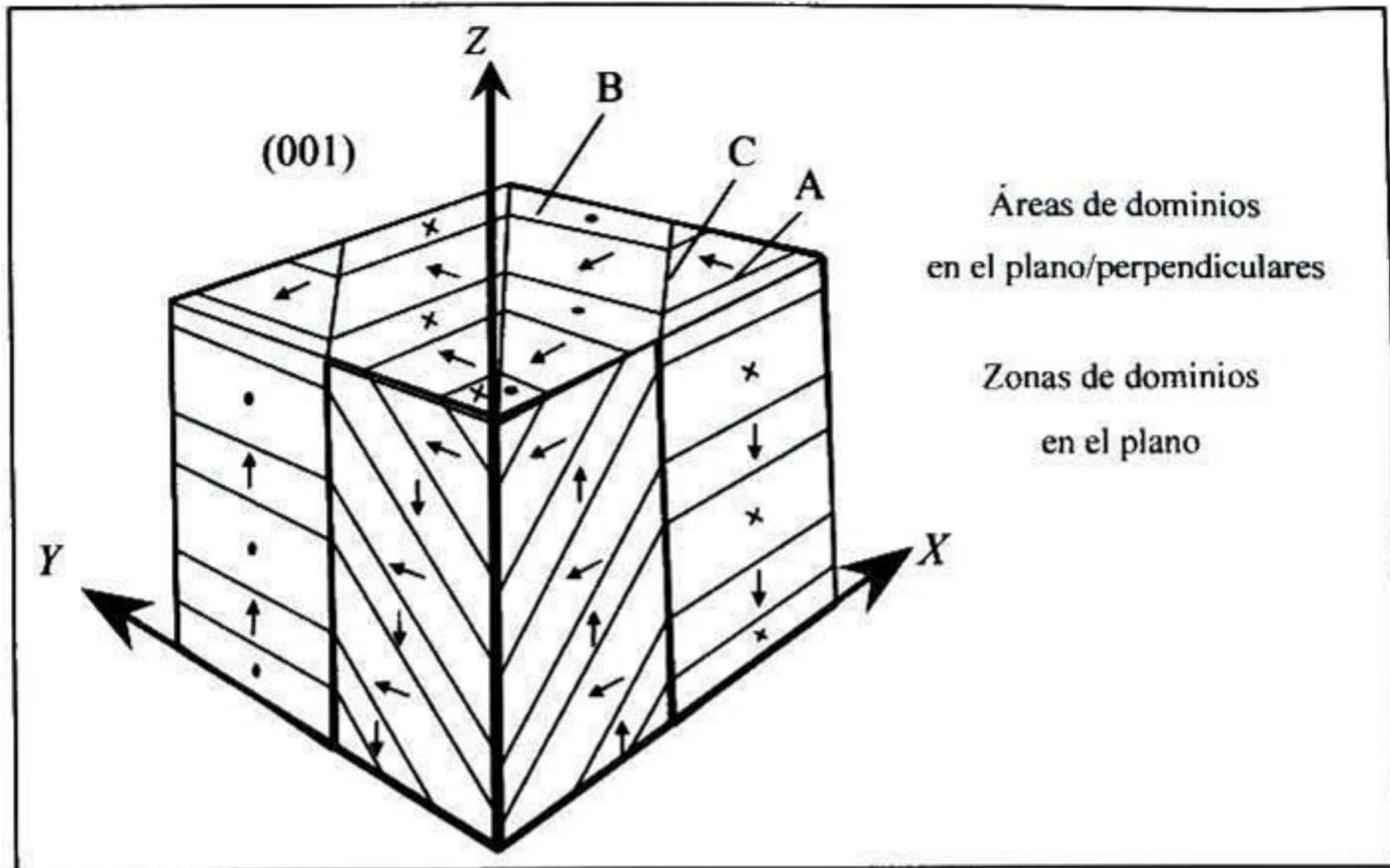


Figura 19. Configuración espacial de dominios 3D.

La repetición de los planos (110) mostrados en la Figura 19, con estructuras entre planos cuyos ángulos son de 45° y 90°, es la que da como resultado la formación de las direcciones presentadas en la Figura 20.

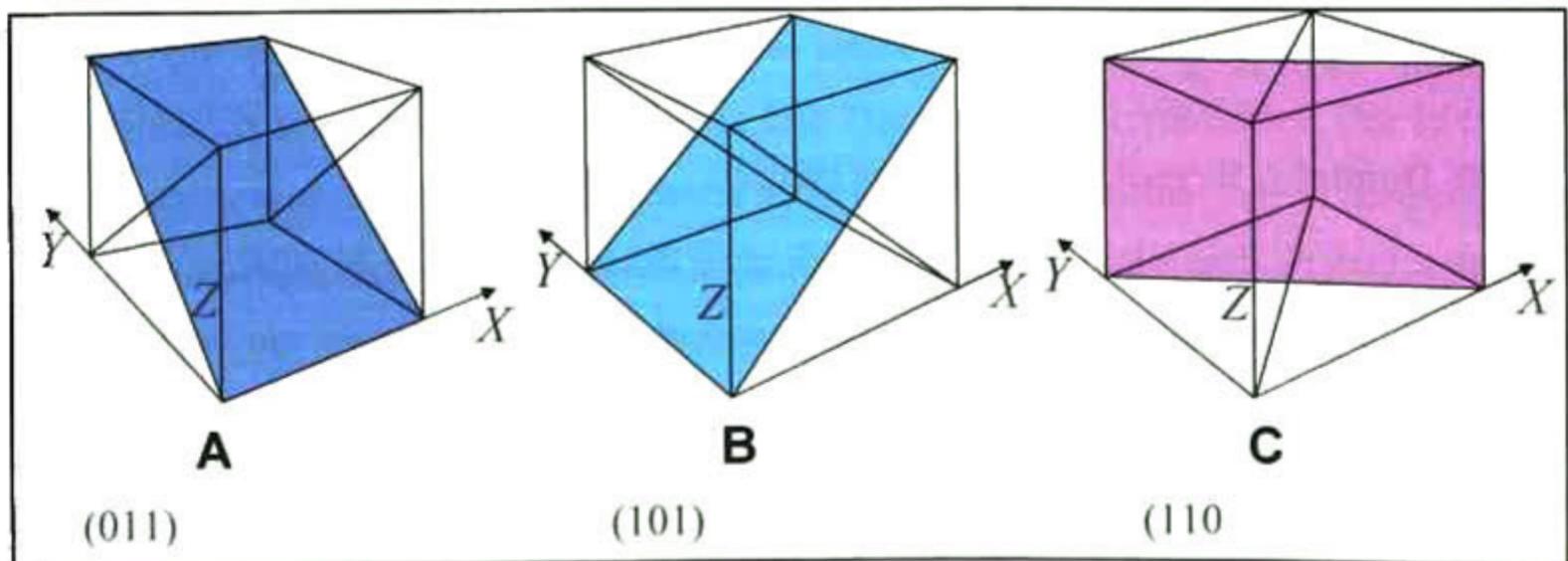
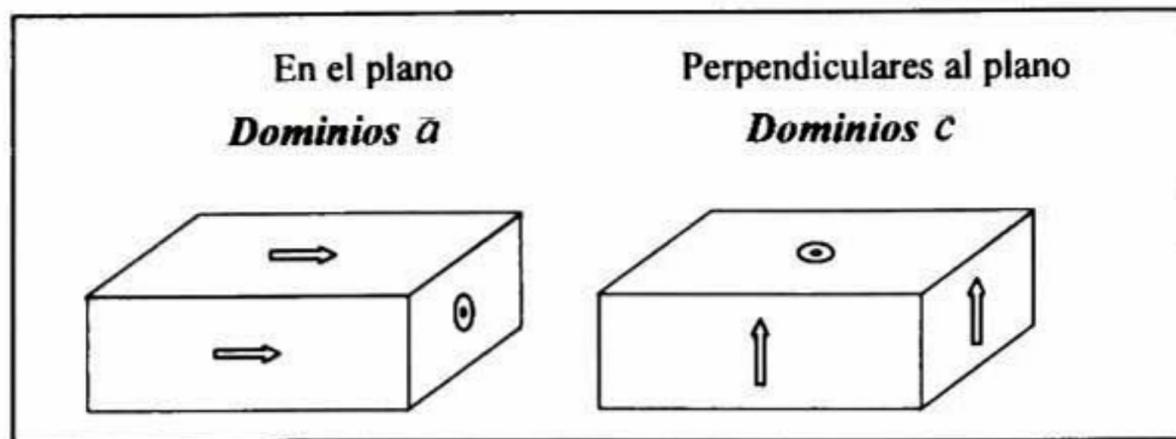


Figura 20. Estructuras con ángulos entre límites de dominios de 90° y 45°.

La nomenclatura de dominios con sus diferentes configuraciones se muestra en la Figura 21, donde se definen los tipos de dominios fundamentales con sus respectivos vectores de polarización.



**Figura 21. Configuración de dominios tipo  $a$  y  $c$ .**

Las configuraciones mostradas en la Figura 21, se utilizan para distinguir las distintas direcciones de polarización de los dominios, en los cuales los tipo  $a$  son los que tienen su vector de polarización paralelo a la superficie del cristal y se les denomina “dominios en el plano”. Por otro lado, los dominios de tipo  $c$  son aquellos que tienen vectores de polarización perpendicular a la superficie llamados “dominios perpendicular al plano”. Independientemente de materiales cristalinos o policristalinos, el fenómeno de polarización espontánea que se presenta cuando el material se transforma de la fase cúbica (no polar) a la fase tetragonal, durante el enfriamiento por debajo de la temperatura de Curie, genera la configuración de dominios como la que se presenta en la Figura 21. En el esquema se cumple la condición de que la polarización neta en volumen del material es igual a cero. Es decir, que se presenta una efectiva compensación de cargas en las paredes de dominios dando lugar al ordenamiento de los vectores de polarización del tipo “cabeza-cola” (su nombre en inglés “head-to-tail”). Entonces el fenómeno de polarización espontánea da como resultado diferentes combinaciones de dominios y paredes de dominios las cuales se muestran a continuación.

Los arreglos observados en la Figura 22 son límites de dominios de una superficie en particular, los cuales se clasifican como:  $90^\circ$ - $\bar{a}\bar{a}$ ,  $90^\circ$ - $a\bar{c}$  y los límites de  $180^\circ$ - $\bar{c}\bar{c}$  y  $180^\circ$ - $a\bar{a}$ . Para el Titanato de Bario tetragonal, los extremos positivos están conectados con los extremos negativos de los dipolos a través de un límite del dominio  $90^\circ$ . Así, los límites de dominios con  $90^\circ$  son líneas rectas en la superficie (100). Sin embargo, los límites de dominios con  $180^\circ$  no tienen orientaciones especiales y no aparecen como líneas curvadas en la superficie de (100).

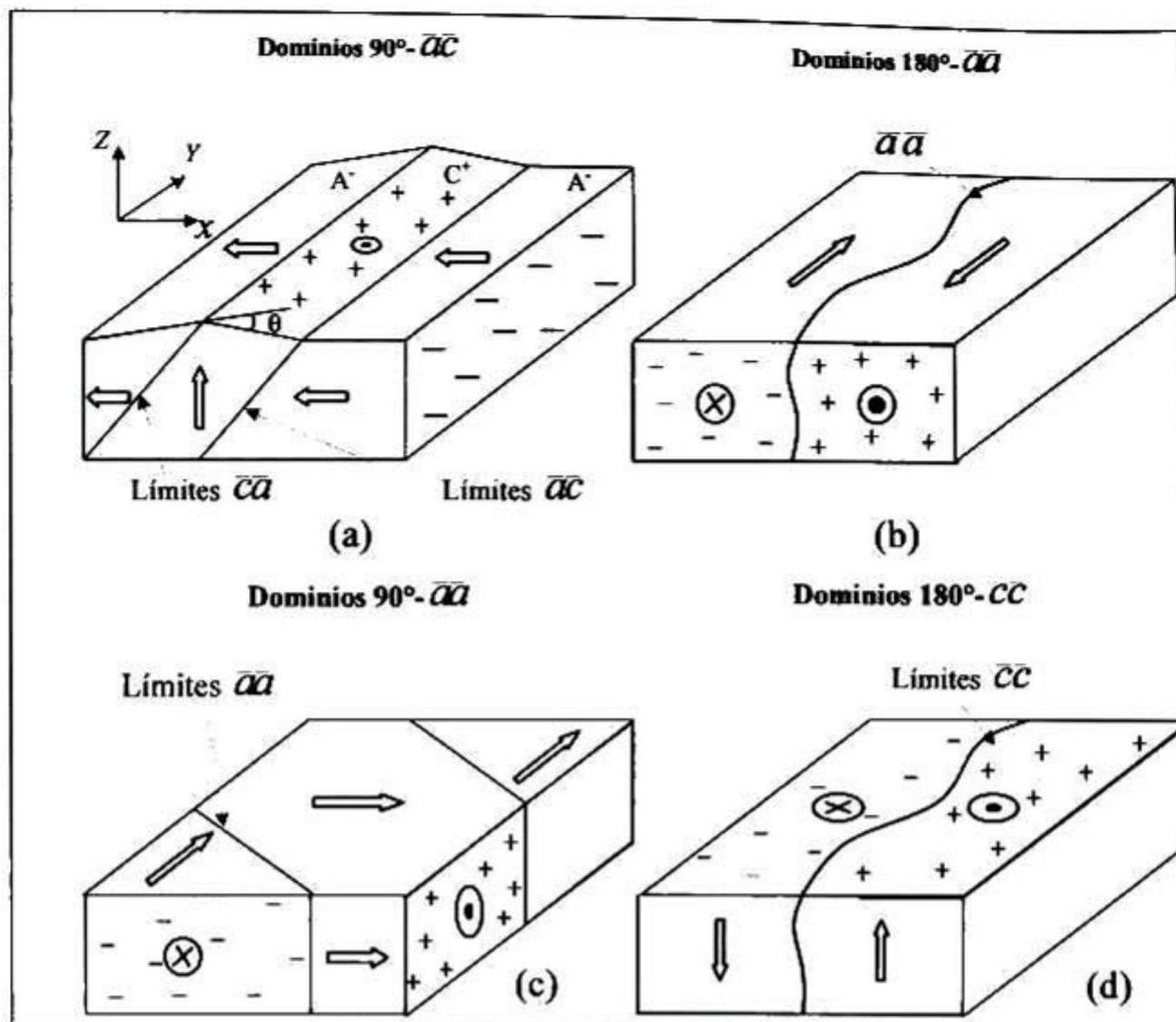


Figura 22. Patrón de arreglos típicos de dominios en materiales ferroeléctricos-ferroelásticos con la estructura tetragonal. Las flechas en las paredes de dominio representan la dirección de polarización y/o la clase de la carga eléctrica.

En la Figura 23 se observa el dibujo esquemático que describe el límite del dominio de tipo  $90^\circ$ - $a\bar{c}$  de un cristal de Titanato de Bario con estructura cristalina tetragonal [59].

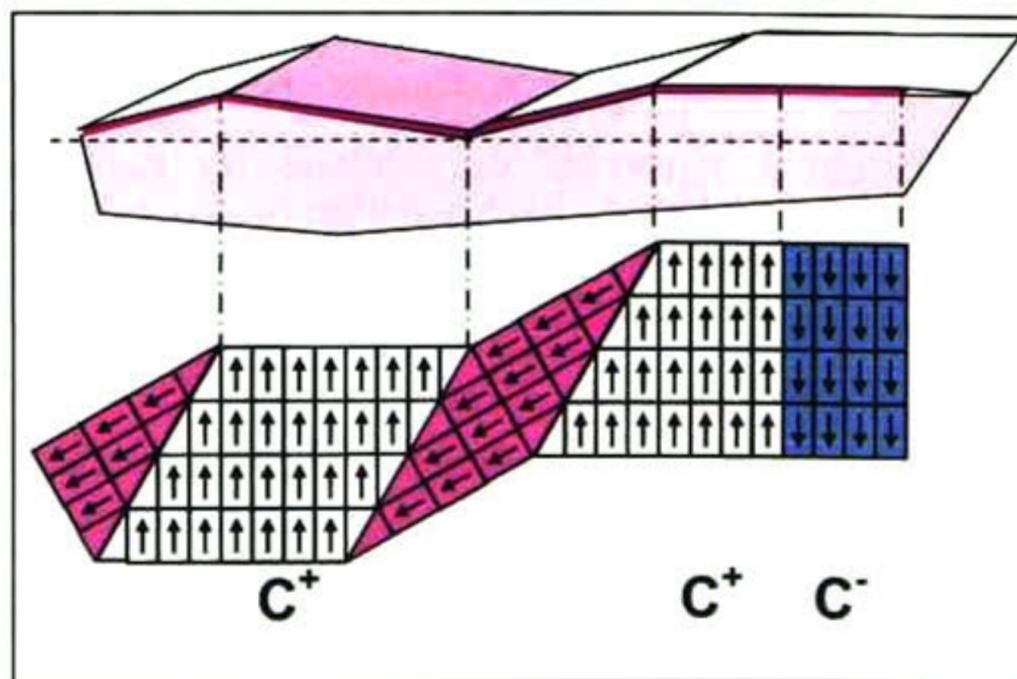


Figura 23. Dominios formados después de la preparación de superficies por agentes externos, mecánicos o eléctricos.

Como se puede apreciar en la Figura 23, se genera una deformación en la superficie en el límite  $90^\circ$ - $a\bar{c}$  del dominio. Y como se comprobó en las secciones anteriores, si se

mide el ángulo de la superficie con métodos perfilométricos, la inclinación debe corresponder a un ángulo exacto de  $0.6^\circ$  según los parámetros de red para el material  $\text{BaTiO}_3$  [87].

### 2.1.11 Re-direccionamiento de dominios

El re-direccionamiento de dominios se presenta cuando el material es sometido a esfuerzos, ya sean eléctricos o mecánicos. Es decir, el ordenamiento de dominios se ve claramente afectado cuando el material es sometido, en el caso eléctrico, a un campo eléctrico o, en el caso mecánico, a esfuerzos uniaxiales. En la Figura 14 se puede observar como ocurre el cambio en la orientación de dominios bajo los esfuerzos eléctricos y/o mecánicos.

### 2.1.12 Relaciones de energía y criterio de re-direccionamiento

Anteriormente se han desarrollado modelos por elementos finitos para simular el fenómeno de ferroelasticidad debido al re-direccionamiento de dominios en cerámicos policristalinos como el titanato de zirconato de lantano, PLZT [88]. Donde se asume que el cristal re-direcciona si la reducción en la energía potencial por accionamiento mecánico del sistema excede a un valor crítico por unidad de volumen, para así provocar el re-direccionamiento del material. Por lo tanto, el punto de partida para las simulaciones propuestas en la referencia mencionada fue considerada de cero deformaciones macroscópicas. En las simulaciones propuestas en el estudio, cada cristal fue representado por un elemento finito y la dirección cristalográfica principal de cada cristal fue asignada aleatoriamente.

Las ecuaciones que gobiernan la compatibilidad y equilibrio mecánico se hacen cumplir a través de las ecuaciones de elementos finitos. Sólo los desplazamientos y los esfuerzos se determinan en los cálculos, sin involucrar al campo eléctrico o de polarización eléctrica.

El cerámico ferroelástico fue considerado puramente mecánico sin fuerzas externas adicionales ejerciendo en el material. Las fuerzas de tracción,  $S_i$ , son especificadas en una parte arbitraria del perímetro externo del cuerpo cerámico. Entonces el volumen,  $V$ , para estar en equilibrio requiere que:

$$\frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = 0$$

73

Donde  $\sigma$ , es el esfuerzo mecánico y  $x$ , es la posición. Para la continuidad de los esfuerzos en los límites de los cristales se debe cumplir:

$$n_i \llbracket \sigma_{ij} \rrbracket = 0 \quad 74$$

Aquí,  $n$  es la unidad normal de la interface y el símbolo  $\llbracket \rrbracket$ , denota un aumento de la cantidad de la variable dentro. La ley de elasticidad para un cristal es:

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} (\varepsilon_{kl} - \varepsilon_{kl}^s) \quad 75$$

Donde  $C_{ijkl}$ , es el tensor elástico,  $\varepsilon_{kl}$  es la deformación, y  $\varepsilon_{kl}^s$  es el tensor de la deformación espontánea para ese cristal. El dato para la deformación espontánea fue considerado como un estado cúbico teniendo el mismo volumen. El tensor de deformaciones  $\varepsilon_{ij}$  es definido por:

$$\varepsilon_{ij} = \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right) / 2 \quad 76$$

Donde  $u$ , es el vector de desplazamientos.

La energía potencial de un cerámico ferroelástico es definido como:

$$\Omega[u] = \frac{1}{2} \int_V (\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^s) C_{ijkl} (\varepsilon_{kl} - \varepsilon_{kl}^s) dV - \int_{S_T} T_i u_i dS \quad 77$$

Aquí, la primer integral es la energía de recuperación elástica almacenada en el material y la segunda es la energía de la tracción,  $T$ , aplicada en la parte,  $S_T$ , de la frontera,  $S$ . Un cristal se asume que re-direccionará cuando el cambio resultante de la energía potencial del cerámico  $\Delta\Omega[u]$  es igual o mayor que la barrera de energía para re-direccionar. Entonces, el criterio de re-direccionamiento es dado por:

$$\Delta\Omega[u] + V_c \Delta\psi_c \leq 0 \quad 78$$

Donde  $\Delta\psi_c$ , es la barrera de energía por unidad de volumen de un cristal, la cual se debe de superar para que ocurra el re-direccionamiento. Cuando el re-direccionamiento tiene lugar, la tracción,  $T$ , impuesta se mantiene fija, pero la deformación espontánea del cristal cambia a un nuevo valor,  $\varepsilon^s + \Delta\varepsilon^s$ . Después del re-direccionamiento, la magnitud de la deformación espontánea,  $\varepsilon^s$ , sigue siendo la misma mientras que su principal cambio de direcciones, alinean el cristal tetragonal lo más cerca posible a los esfuerzos internos del cristal. Debido al cambio de la deformación espontánea y elástica ajustadas al re-direccionamiento, la deformación del cerámico cambia a un nuevo valor de  $\varepsilon + \Delta\varepsilon$  y los desplazamientos correspondientes cambian a  $u + \Delta u$ . El cambio de la energía del sistema  $\Delta\Omega[u]$  es dado por:

$$\begin{aligned} \Delta\Omega[u] = & \int_V (\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^s) C_{ijkl} (\Delta\varepsilon_{kl} - \Delta\varepsilon_{kl}^s) dV \\ & + \frac{1}{2} \int_V (\Delta\varepsilon_{ij} - \Delta\varepsilon_{ij}^s) C_{ijkl} (\Delta\varepsilon_{kl} - \Delta\varepsilon_{kl}^s) dV - \int_{S_T} T_i \Delta u_i dS \end{aligned} \quad 79$$

Donde es asumido que el módulo elástico no es afectado por el re-direccionamiento tetragonal, lo cual no es una situación general, pero fue usado como un modelo inicial.

$$\sigma_{kl} = C_{ijkl} (\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^s) \quad 80$$

El volumen,  $V$ , está en equilibrio con la tracción,  $T$ , en cualquier parte de la superficie,  $S$ , y los desplazamientos,  $\Delta u$ , son iguales a cero sobre  $S-S_T$ , y son compatibles con la deformación,  $\Delta\varepsilon$ , en  $V$ , entonces el trabajo virtual da:

$$\int_V (\varepsilon_{ij} - \varepsilon_{ij}^s) C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} dV = \int_{S_T} T_i \Delta u_i dS \quad 81$$

Como resultado la ecuación 79 se simplifica a:

$$\Delta\Omega[u] = - \int_V \Delta\varepsilon_{ij}^s \sigma_{ij} dV + \int_V \left( \frac{1}{2} \Delta\varepsilon_{ij} C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} - \Delta\varepsilon_{ij}^s C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} + \frac{1}{2} \Delta\varepsilon_{ij}^s C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl}^s \right) dV \quad 82$$

Y el incremento de esfuerzos como:

$$\Delta\sigma_{kl} = C_{ijkl} (\Delta\varepsilon_{ij} - \Delta\varepsilon_{ij}^s) \quad 83$$

Por tanto, el volumen,  $V$ , está en equilibrio con el incremento de la tracción,  $\Delta T$ , en cualquier parte de la superficie,  $S$ . El incremento de la deformación,  $\Delta\varepsilon$ , en  $V$  es compatible con el incremento de los desplazamientos,  $\Delta u$ , en  $S$ . El incremento de la tracción es cero en  $S_T$ , en donde el incremento de los desplazamientos es igual a cero en  $S-S_T$ . Por lo tanto, el trabajo virtual es:

$$\int_V (\Delta\varepsilon_{ij} - \Delta\varepsilon_{ij}^s) C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} dV = 0 \quad 84$$

Finalmente:

$$\Delta\Omega[u] = - \int_V \Delta\varepsilon_{ij}^s \sigma_{ij} dV + \frac{1}{2} \int_V \Delta\varepsilon_{ij}^s C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl}^s dV - \frac{1}{2} \int_V \Delta\varepsilon_{ij} C_{ijkl} \Delta\varepsilon_{kl} dV \quad 85$$

En forma discreta, el cambio de energía potencial debido al re-direccionamiento de dominios es definida como:

$$\Delta\Omega[u] = - \int_V \{\Delta\varepsilon^s\}^T \{\sigma\} dV + \frac{1}{2} \int_V \{\Delta\varepsilon^s\}^T [C] \{\Delta\varepsilon^s\} dV - \frac{1}{2} \{\Delta u_N\}^T [K] \{\Delta u_N\} \quad 86$$

Los incrementos de los desplazamientos nodales,  $\{\Delta u_N\}$ , calculados por el re-direccionamiento debe satisfacer las ecuaciones de elementos finitos:

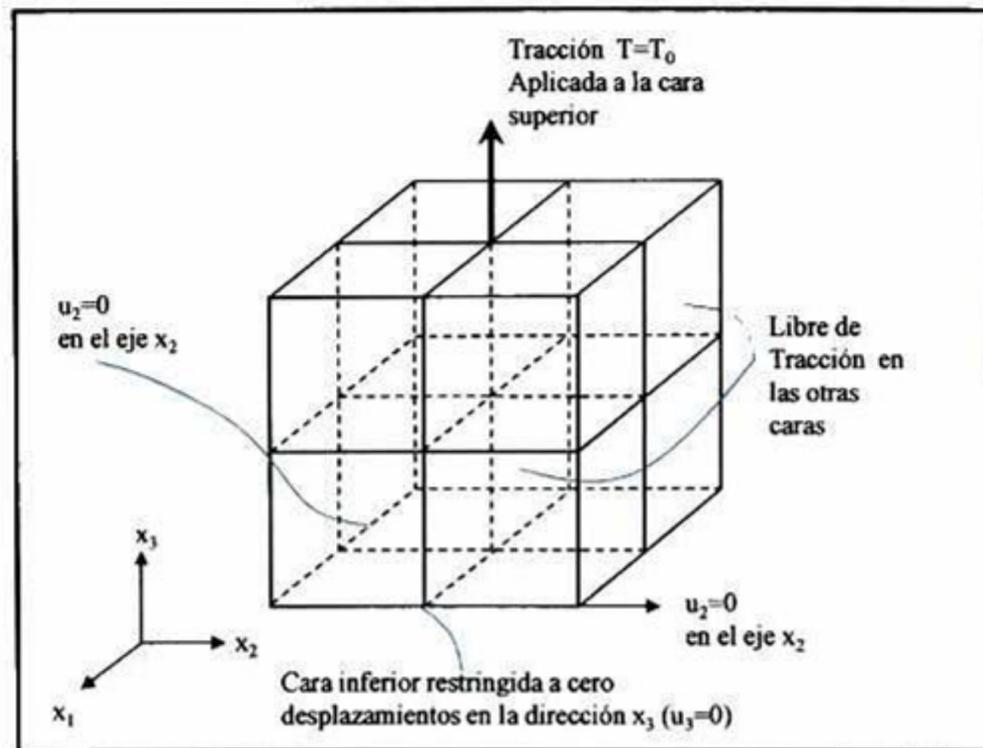
$$[K] \{\Delta u_N\} = \{\Delta F^s\} \quad 87$$

Las cuales son modificadas por la forma incrementada de la ecuación 66. Debido a que las tracciones se mantienen constantes durante el re-direccionamiento, solamente los

incrementos de las fuerzas nodales se deben a que el término de re-direccionamiento aparece en el lado derecho de la ecuación 87. Definidas por la siguiente ecuación como:

$$\{F^s\} = \int_V [B]^T [C] \{\Delta \varepsilon^s\} dV \quad 88$$

En la Figura 24 se muestra esquemáticamente la representación de un cristal en forma de elementos cúbicos, y sus principales direcciones cristalinicas utilizadas para la simulación MEF estudiada en la literatura [88].



**Figura 24. Diagrama esquemático del mallado cúbico de ocho nodos, para la simulación de la deformación ferroelástica por MEF.**

Después de un pequeño incremento de la tracción, cada cristal es checado para ver si ha cumplido el criterio de re-direccionamiento. La expresión para  $\Delta \Omega[u]$  dada por la ecuación 86, es substituida dentro del criterio de re-direccionamiento, y la ecuación 78 es modificad de la forma:

$$\{\Delta \varepsilon^s\}^T \{\sigma\} - \frac{1}{2} \{\Delta \varepsilon^s\}^T [C] \{\Delta \varepsilon^s\} + \frac{1}{2V_c} \{\Delta F^s\}^T [K]^{-1} \{\Delta F^s\} \geq \frac{3}{2} \sigma_0 \varepsilon_0 \quad 89$$

Donde  $\Delta \psi_c$  es remplazado por  $(3/2)\sigma_0\varepsilon_0$ , con  $\sigma_0$  siendo un esfuerzo crítico con la magnitud de un esfuerzo coercitivo uniaxial efectivo para un cristal individual paralelo a la dirección cristalográfica principal.

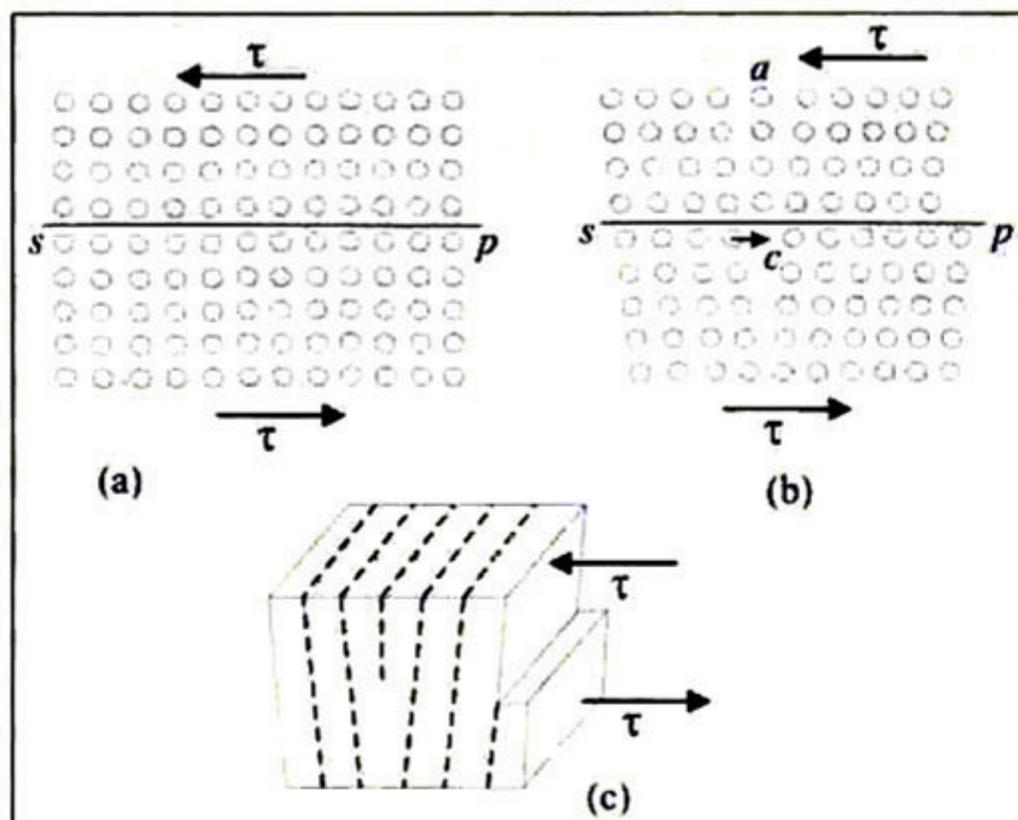
Finalmente, se definió el tensor elástico  $C_{ijkl}$  de los cristales como un material isotrópico como:

$$C_{ijkl} = \frac{Ev}{(1+v)(1-2v)} \delta_{ij} \delta_{kl} + \frac{E}{2(1+v)} (\delta_{ik} \delta_{jl} + \delta_{il} \delta_{jk}) \quad 90$$

Donde  $E$  y  $\nu$ , es el módulo elástico y relación de Poisson respectivamente. Los valores de  $E$  y  $\nu$  fueron definidos como los valores correspondientes para los materiales policristalinos.

### 2.1.13 Teoría de dislocaciones y líneas de deslizamiento

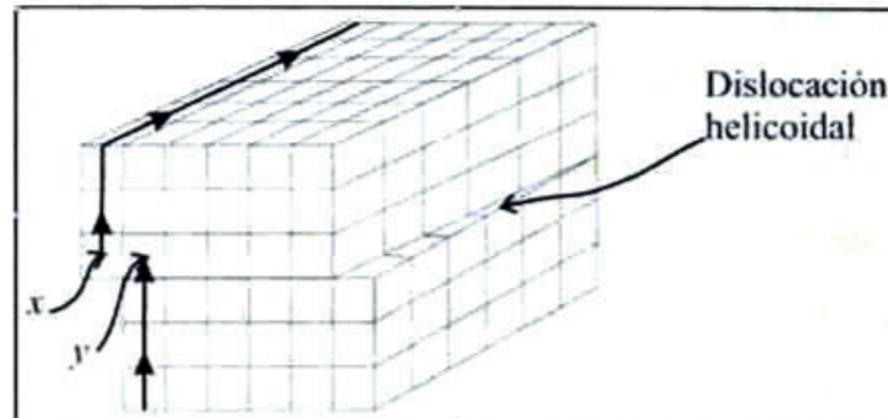
La Figura 25a presenta un cristal simple que se está sometiendo a esfuerzos cortantes,  $\tau$ , sobre sus superficies superior e inferior. La línea  $sp$  representa un posible plano de deslizamiento en el cristal. Supóngase que como resultado del esfuerzo cortante aplicado, la mitad de la parte del cristal se desplaza a lo largo de  $sp$ , de manera que la parte sobre el plano de deslizamiento es movido a la izquierda con respecto a la parte por debajo del plano de deslizamiento como se indica en la Figura 25b, el anterior efecto dará como resultado un medio plano vertical extra  $ac$  sobre el plano de deslizamiento y en el centro del cristal. Todos los demás planos se re-alinean de manera que corren continuamente a través del cristal. Así, la distorsión en el cristal se centra alrededor del borde del plano extra. Éste límite del plano adicional se denomina “dislocación de borde”. El movimiento de una dislocación simple a través de un cristal produce un escalón sobre la superficie, cuya profundidad es de un espaciamiento interatómico en una dirección paralela al plano de deslizamiento  $sp$ , como se indica en la Figura 25c. [89]



**Figura 25. Dislocación de borde: (a) cristal perfecto, (b) cizallamiento del cristal y (c) modelo en 3 dimensiones del cizallamiento.**

También existen dislocaciones denominadas “helicoidales” como muestra esquemáticamente la Figura 26, donde puede considerarse que cada pequeño cubo

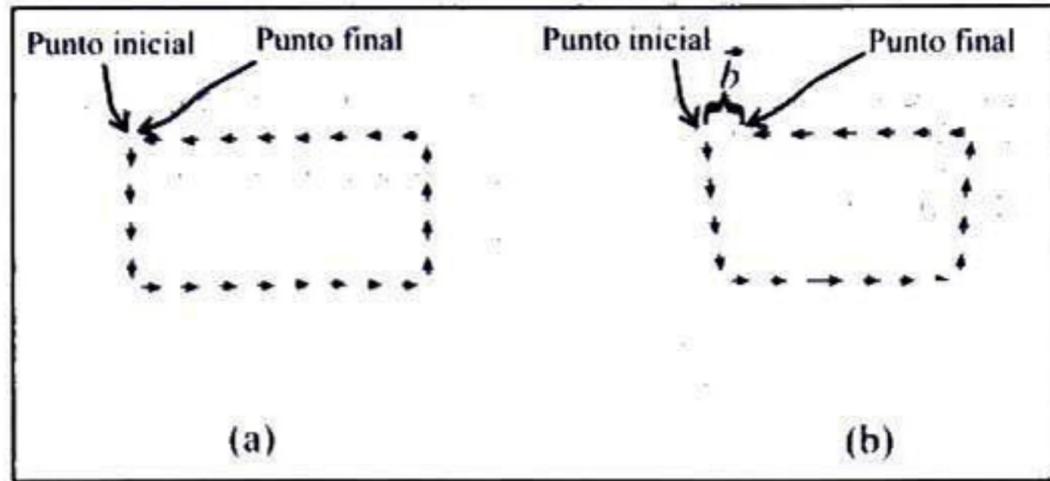
representa un átomo. La parte frontal superior del cristal ha sido cizallada por una distancia interatómica a la izquierda relativa a la porción frontal inferior. La definición helicoidal se deriva del hecho de que los planos reticulares del cristal forman una espiral en la línea de dislocación, comenzando en el punto  $x$ , siguiendo entonces hacia arriba y alrededor del cristal en la dirección de las flechas y terminando un circuito simple en el punto  $y$ , formando un circuito en la forma de un tornillo de rosca izquierda. [89]



**Figura 26. Dislocación helicoidal.**

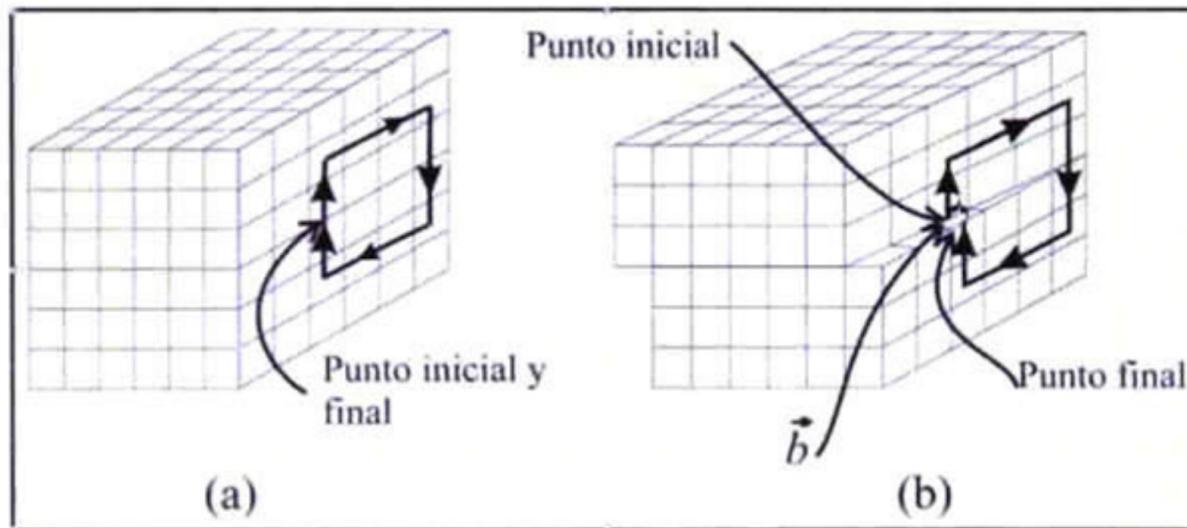
Una dislocación no puede terminar en el interior de un cristal. La razón de la anterior propuesta es que una dislocación representa el límite entre un área deslizada y una sin deslizar. Si el área deslizada sobre el plano de deslizamiento no toca a la superficie de la muestra, su límite es continuo y la dislocación tiene que ser un anillo cerrado. Sólo cuando el área deslizada se extiende a la superficie de la muestra, es posible para una dislocación tener un punto final.

El área dentro del anillo de una dislocación curva más general, tal como se describe en la Figura 26, está cizallada en una distancia atómica, es decir, dentro de la región analizada, la red que queda sobre el plano de deslizamiento se ha deslizado una distancia a la izquierda, en relación a la red por debajo del plano de deslizamiento. La dirección del corte está indicada por el vector  $\vec{b}$ , cuya longitud es una distancia atómica. Aunque la dislocación varía en orientación en el plano de deslizamiento, la variación en el corte a través de la dislocación es en todas partes la misma, y el vector de deslizamiento es, en consecuencia, una propiedad característica de la dislocación. Éste vector es conocido con el nombre de “vector de dislocación de Burgers”. En la Figura 27, se muestra cómo se define el vector Burgers aplicado a una dislocación de borde. El circuito se cierra con pasos de átomo a átomo en un cristal perfecto (ver Figura 27a), pero cuando el mismo circuito de paso a paso se hace alrededor de una dislocación en un cristal imperfecto el punto final del circuito falla en coincidir con el punto inicial como se indica en la Figura 27b. [89]



**Figura 27. Circuito de Burgers para una dislocación de borde: (a) cristal perfecto, (b) cristal con dislocación.**

Del mismo modo, la Figura 28 muestra un circuito de Burgers alrededor de una dislocación helicoidal. En la Figura 28a, se indica el circuito para el cristal perfecto. Mientras que la Figura 28b muestra el mismo circuito transferido a un cristal que contiene una dislocación helicoidal.



**Figura 28. Circuito de Burgers para una dislocación helicoidal: (a) cristal perfecto, (b) cristal con dislocación.**

Es importante destacar que, para poder producir una línea de deslizamiento visible, se deberán promover muchos cientos de dislocaciones a través de un plano de deslizamiento, mediante un modo cooperativo de traslaciones de todos los átomos en la dislocación. [89]

La energía de deformación asociada con una dislocación es en función del tamaño de su vector Burgers, y varía directamente con el cuadrado de su magnitud como se muestra en la siguiente ecuación. [89]

$$F = \tau \cdot \vec{b}x = 2Gb^2 \quad 91$$

donde:

$\tau$ =esfuerzo cortante asociado a la fuerza

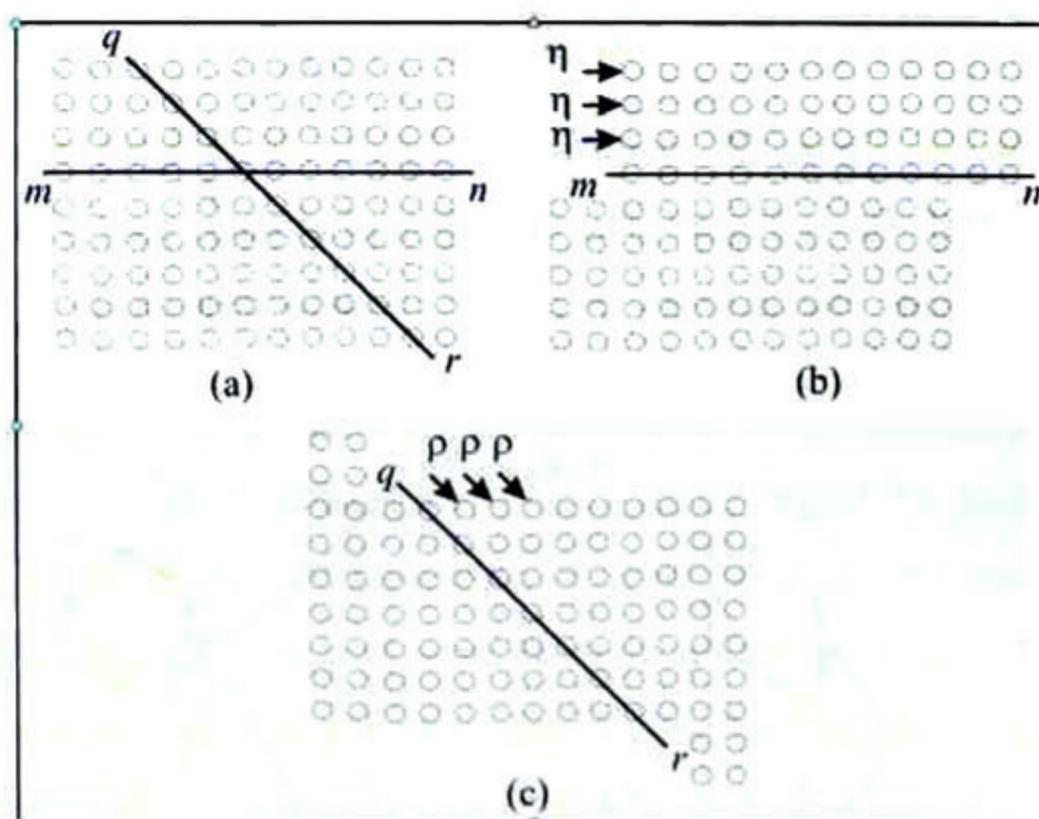
$F$ =fuerza aplicada,

$\vec{b}$  =vector Burgers,

$x$ =distancia interatómica del deslizamiento

$G$ =módulo cortante del material.

En el caso presente, la energía de deformación de una dislocación tipo  $\eta$  generada en el plano  $mn$ , es el doble de una tipo  $\rho$ , la cual se genera en la dirección  $qr$ , como se muestra esquemáticamente en la Figura 29. [89]



**Figura 29. Sentidos en los cuales se puede generar deslizamiento en una red cristalina: (a) cristal antes del corte, (b) deslizamiento en una dirección compacta, y (c) deslizamiento en una dirección no compacta.**

El hecho de que posea la menor energía de deformación, deberá hacer a la forma de dislocación tipo  $\eta$  más probable tener una mayor magnitud de deformación mecánica, en comparación con las formas de dislocaciones con energías de deformación más elevadas. [89]

## 2.2 Técnicas de caracterización y materiales

### 2.2.1 Proceso de nanoindentación

#### 2.2.1.1 Sistema Hysitron Ubi-1

El sistema Hysitron Ubi-1 es un instrumento novedoso, debido a que es un sistema cuantitativo de nanoindentación y tiene la habilidad de tomar imágenes antes y después de la indentación. No utiliza la retroalimentación del piezo o el cantilever de un microscopio de fuerza atómica para llevar a cabo sus pruebas. El nanoindentador es un

accesorio de un microscopio de fuerzas atómicas (AFM). El sistema completo se muestra esquemáticamente en la Figura 30. El Triboscope por si mismo tiene tres partes principales: el transductor, el controlador del transductor y un sistema de adquisición de datos separado [90]. El programa del microscopio es utilizado para interpretar la señal de voltaje del transductor, y los piezos del microscopio permiten un control del desplazamiento cuando se toman las imágenes. El transductor mantiene la punta del indentador, la cual actúa como una sonda para la toma de imágenes. La resolución de la imagen no es tan buena como las obtenidas con puntas de AFM, debido al desgaste del indentador. Sin embargo da la resolución suficiente para identificar las características de la superficie que se desean y para elegir el área óptima para la indentación. El sistema tiene una resolución en la profundidad de 0.2nm y puede aplicar cargas de indentación tan grandes como 13.0mN con una resolución de 0.1 $\mu$ N [90].

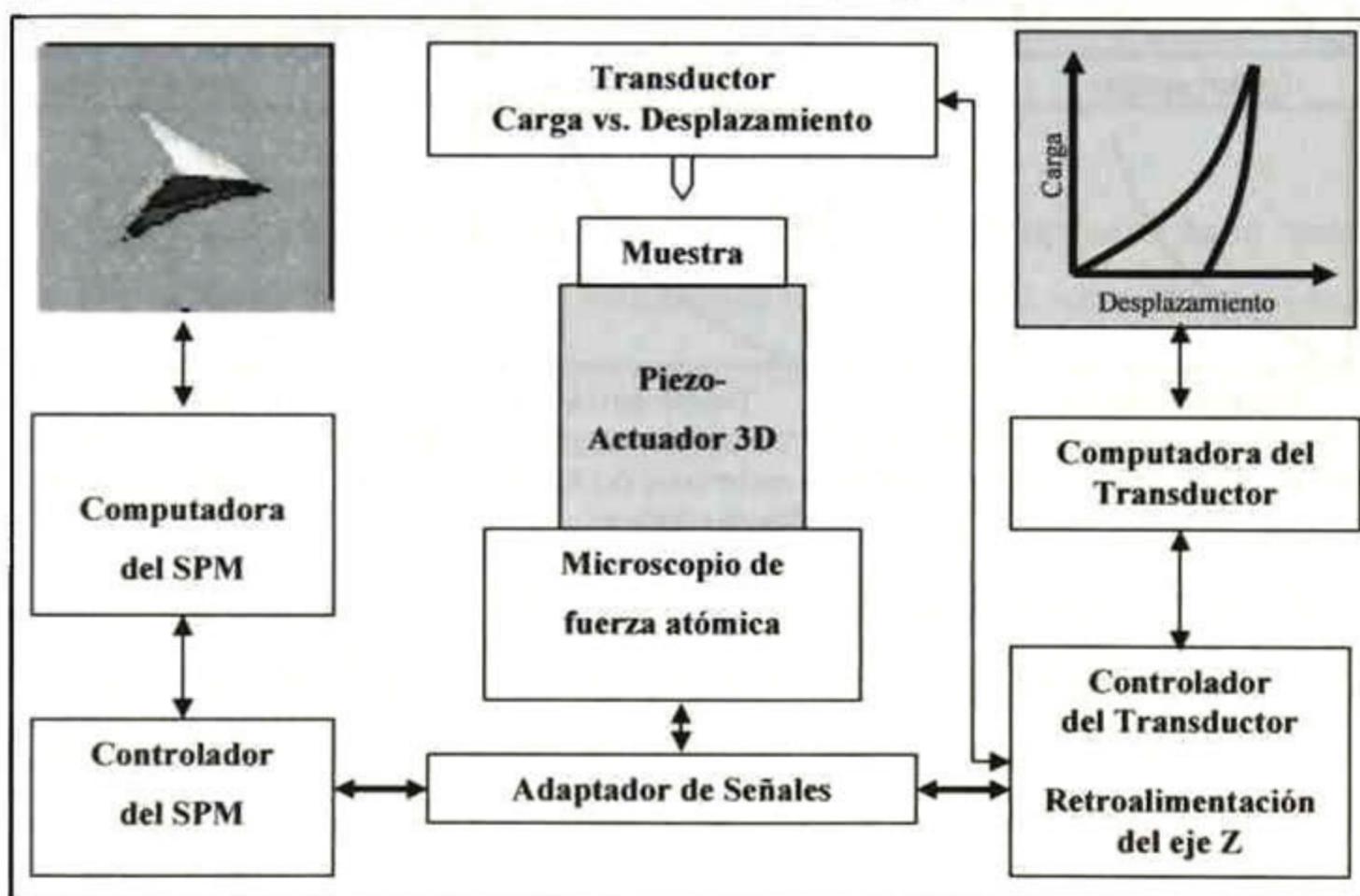


Figura 30. Esquema del sistema de nanoindentación Hysitron.

En la Figura 31 se muestran las curvas  $P-h$  y los diagramas de esfuerzo-deformación obtenidos por indentación de tres tipos de materiales clasificados de acuerdo a sus propiedades mecánicas [91]. En el caso de un comportamiento elástico ideal, no se produce ninguna deformación plástica en la muestra. El esfuerzo inducido por el indentador es almacenado en la muestra en forma de energía de deformación elástica, la cual se recupera por completo durante la descarga. Las curvas  $P-h$  durante la carga y descarga coinciden, lo que indica que no permanece alguna huella en la muestra una vez

que se retiró el indentador (ver Figura 31a). Cuando se indenta un material rígido-plástico, no ocurre deformación elástica. El esfuerzo inducido es completamente liberado por la deformación plástica, por consiguiente no se lleva a cabo alguna recuperación durante la descarga, es decir, el desplazamiento que se dio durante la carga máxima es el mismo que cuando ya se hizo la descarga (Figura 31b). Sin embargo, la mayoría de los materiales exhiben un comportamiento elastoplástico. La curva de carga de una indentación hecha en los materiales elastoplásticos está determinada por la deformación tanto elástica como plástica de la muestra (Figura 31c) [91].

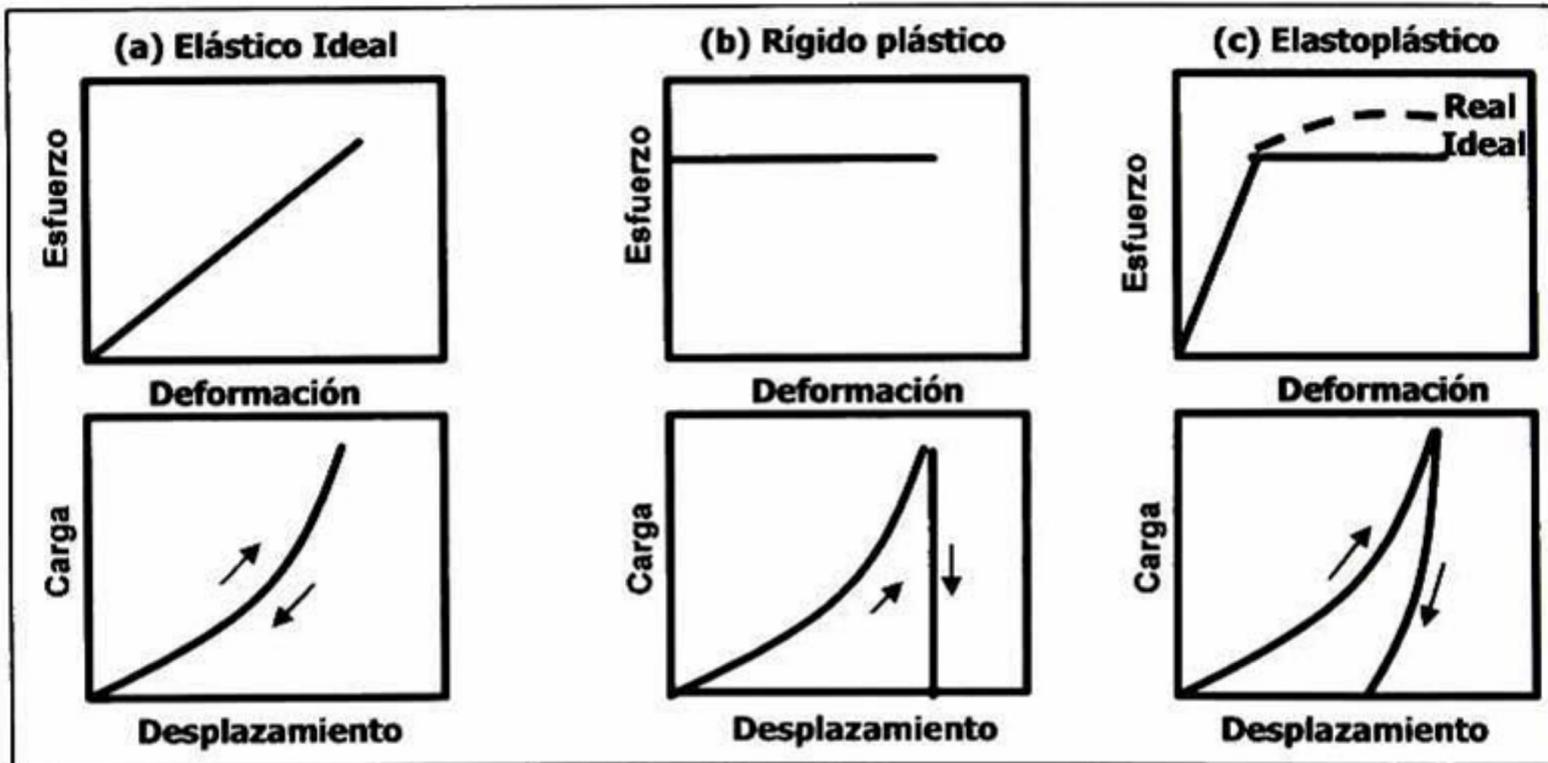


Figura 31. Diagramas característicos para materiales (a) Elásticos ideales, (b) Rígido-plásticos y (c) Elastoplásticos.

Las pruebas de nanoindentación en un Ubi-1 Nanomechanical Test Instrument Hysitron<sup>®</sup> fueron realizadas con un indentador tipo Berkovich de diamante, usando un ciclo de indentación de carga bajo un modo de “Control de Carga” que mantiene continuos ambos ciclos de carga y descarga, durando un experimento un tiempo total de 20s.

Los datos experimentales de las curvas  $P-h$  fueron analizados utilizando el M-O&P [4], para determinar la dureza,  $H$ , y el módulo elástico,  $E$ . La dureza y módulo elástico fueron calculados de tres parámetros de medición de la nanoindentación: la carga máxima,  $P_{max}$ , el desplazamiento máximo,  $h_{max}$ , y la rigidez de contacto,  $S = dP/dh$ .

Las primeras dos cantidades son tomadas directamente de los datos de las curvas  $P-h$ , y el tercer parámetro es determinado mediante el cálculo de la tangente de la primer porción entre 20% y el 90% de la curva de descarga.

Para determinar la función de área a través de los datos de la curva  $P-h$ , es necesario conocer la complianza de la máquina,  $C_m$ , lo cual permite determinar la parte del desplazamiento total medido,  $h_{max}$ , que ocurre en el equipo y también corregir los datos de indentación para el mismo. Si se conoce  $C_m$ , entonces el desplazamiento en la máquina a cualquier carga,  $P$ , es simplemente  $h_m=C_mP$  y el verdadero desplazamiento en la muestra está dado por:

$$h = h_{max} - C_m P \quad 92$$

Para determinar  $C_m$ , la máquina y el contacto son modelados como resortes en serie cuyas complianzas son aditivas. Así, la complianza total medida,  $C_t$  está dada por:

$$C_t = C_s + C_m \quad 93$$

Donde  $C_s$  es la complianza elástica del contacto entre el indentador y la muestra. Debido a que  $C_t$  es justamente la inversa de la rigidez total medida,  $S_t$ , y  $C_s$  es la inversa de la rigidez de contacto elástico,  $S$ , combinando las ecuaciones 7 y 93 tenemos:

$$C_t = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta E_r} \frac{1}{\sqrt{A_c}} + C_m \quad 94$$

Así la intersección en una gráfica de  $C_t$  vs  $A_c^{-1/2}$  nos da la complianza de la máquina,  $C_m$ , y la pendiente de la recta está relacionada con el módulo elástico reducido ( $E_r$ ). Debido a que se requiere la extrapolación de los datos a  $A_c^{-1/2}=0$ , las mejores mediciones de  $C_m$  son obtenidas cuando el primer termino de la derecha es pequeño, es decir, para contactos grandes.

Un procedimiento conveniente para determinar  $C_m$ , está basado en la suposición de que la función de área del indentador a profundidades grandes se encuentra bien descrita por la función de área ideal, que en el caso del indentador Berkovich se encuentra descrita por la ecuación 4.

Como fue discutido anteriormente, para indentadores de punta afilada (piramidales y cónicos), las variaciones de la geometría ideal son producidas por el desgaste (achatamiento) de la punta. Para indentadores esféricos, es importante conocer la forma precisa de la punta, ya que pequeñas desviaciones de la geometría esférica perfecta pueden tener grandes efectos sobre el área de contacto medida. Para analizar la geometría actual del nanoindentador, considerando el proceso natural de desgaste debido a su uso, la microscopía de AFM fue utilizada (Dimension 3100, Nanoscope IV, Veeco, USA).

## **2.2.2 Microscopía AFM**

### **2.2.2.1 Sistema Nanoscope IV Dimension 3100**

El sistema de nanoindentación Nanoscope IV Dimension 3100 es una poderosa herramienta para el análisis de las propiedades mecánicas de pequeños volúmenes de material, por ejemplo en recubrimientos delgados. Una de las ventajas del equipo es que tiene acoplado el sistema de nanoindentación (Nanoscope IV) a un microscopio de fuerza atómica (AFM, Dimensión 3100) de forma que se utiliza la misma sonda para tomar imágenes y para hacer indentaciones, con una punta hecha de diamante con una geometría de pirámide de base triangular.

El microscopio de fuerza atómica Dimension 3100, produce imágenes en tres dimensiones con alta resolución. Funciona barriendo con una punta afilada la superficie de la muestra. La punta es parte de un cantilever flexible ensamblado sobre uno de los extremos de un tubo piezoeléctrico cilíndrico montado cerca de la parte superior del microscopio. Aplicando voltajes en los electrodos *X* y *Y* del tubo piezoeléctrico, éste se expande y se contrae horizontalmente para producir un rastreo preciso sobre la superficie de la muestra a través de una dirección de barrido rápida y una lenta en *X* y *Y*, respectivamente. Un voltaje aplicado al electrodo *Z* del tubo del piezo, calculado en función de un sistema de retroalimentación, controla la altura vertical de la punta con el fin de mantener el sistema de medición a condiciones constantes, ya sea de fuerza o de amplitud de oscilación del cantilever. Un motor de pasos acoplado a un tornillo sin fin transporta el movimiento directamente a la muestra. Un sistema de retroalimentación separado controla la altura del microscopio y la punta en relación con la superficie de la muestra [92]. Además de tomar imágenes puede determinar la morfología de superficies y tiene las siguientes características: resolución en el plano *XY* de 0 a 1-3nm, resolución en el eje *Z* de 0.01nm, el ambiente de operación en el que se encuentre la muestra puede ser aire, líquido, gas ó vacío, no se requiere de preparaciones especiales de la muestra, el daño a la muestra es mínimo (en el orden de  $10^{-9}$  nN), y la magnificación es de  $10^9$  [93].

Existen tres modos para tomar imágenes utilizando microscopía de fuerza atómica. El modo de contacto donde se monitorea el cambio en la deflexión del cantilever con un detector fotodiodo de cuadrantes. La punta tiene contacto con la superficie a través de la capa de fluido absorbida en la superficie de la muestra. Un circuito de retroalimentación mantiene una deflexión constante entre el cantilever y la muestra moviendo

verticalmente el escáner en cada punto  $(X,Y)$  para mantener la deflexión fija. La computadora registra la distancia que el escáner se mueve verticalmente a cada punto  $(X,Y)$  para formar la imagen topográfica de la superficie de la muestra.

También se tiene disponible el modo de no contacto en el que el cantilever oscila a una frecuencia que se encuentra ligeramente por arriba de la frecuencia de resonancia del cantilever, típicamente con una amplitud de unos cuantos nanómetros (menos de 10nm) con el fin de obtener una señal desde el cantilever. La punta no tiene contacto con la superficie de la muestra, de manera que oscila por arriba de la capa de fluido absorbida en la superficie durante el barrido. La frecuencia de resonancia del cantilever es disminuida por las fuerzas de van Der Waals, las cuales se extienden desde 1nm a 10nm por encima de la capa de fluido absorbida, y otra serie de fuerzas que se extienden por encima de la superficie. La disminución en la frecuencia de resonancia provoca que la amplitud de oscilación se reduzca. El sistema de retroalimentación mantiene constante la amplitud de oscilación moviendo verticalmente el escáner a cada punto  $(X,Y)$  hasta que se alcanza una amplitud o frecuencia determinada.

El tercer modo es el modo de semicontacto (su nombre en inglés Tapping), el cual tiene la característica de ser menos destructiva con la muestra. El modo de semicontacto opera barriendo una punta que está sujeta al final de un cantiléver, que oscila a través de la superficie de la muestra. El cantilever oscila en o cerca de su frecuencia de resonancia, con una amplitud en el rango desde 20 hasta 100nm. La frecuencia de oscilación puede estar en/o a un lado de la frecuencia de resonancia. La punta golpea ligeramente la superficie de la muestra durante el barrido, teniendo contacto con la superficie justo en la parte inferior de su movimiento oscilatorio. El circuito de retroalimentación mantiene constante la amplitud de oscilación manteniendo y la señal de oscilación es adquirida por el detector fotodiodo dividido en dos. La computadora almacena la posición vertical del escáner a cada punto  $(X,Y)$  con el fin de mantener constante un punto fijo de la amplitud para formar la imagen topográfica de la superficie de la muestra. Manteniendo una amplitud de oscilación constante, se mantiene constante una interacción de la punta con la muestra durante la toma de la imagen. La operación puede tener lugar en entornos líquidos o ambientales. En líquido, la oscilación necesita no estar en la resonancia del cantilever. Cuando se toman imágenes en aire, la amplitud típica de la oscilación permite que la punta tenga contacto con la superficie a través de una capa líquida absorbida sin atorarse. El modo de semicontacto tiene algunas ventajas

sobre los otros dos modos, como por ejemplo tiene mayor resolución lateral en la mayoría de las muestras (de 1 a 5nm), menores fuerzas y menor daño en muestras suaves en aire y virtualmente se eliminan las fuerzas laterales, así que no hay una remoción de material. La desventaja es que tiene una velocidad de barrido ligeramente más lenta que en el modo de contacto.

### 2.2.3 Microscopía SEM

Micrografías SEM del indentador Berkovich (BK2) fueron obtenidas con alto vacío de  $6 \times 10^{-6}$  milibars, con una aceleración de voltaje de 20KeV, en un microscopio electrónico de barrido (XL30 ESEM Philips) con una magnificación de 2500X.

### 2.2.4 Materiales

#### 2.2.4.1 Material de referencia

En el presente trabajo, el material de sílice fundida comúnmente usado en la prueba de nanoindentación fue analizado. Las propiedades mecánicas, tales como relación de Poisson, módulo elástico y dureza, reportadas en la Tabla 1, son los valores encontrados experimentalmente, coincidiendo con los valores comúnmente reportados en la literatura [71,94].

Material	$E$ , Módulo Elástico (GPa)	$\nu$ , Relación Poisson's	$H$ , Dureza (GPa)
Sílice fundida	$72 \pm 0.089$	0.17	$8.989 \pm 1$

**Tabla 1. Propiedades elásticas y plásticas de la sílice fundida.**

La muestra estándar fue proporcionada por el proveedor Veeco Instruments, en la compra del equipo Nanoscope VI Dimension 3100. Contando con una rugosidad, presentada como la raíz media cuadrada, (sus siglas en inglés "RMS") de 1.21803nm [90].

#### 2.2.4.2 Materiales cerámicos base zirconia

Se realizaron ensayos de nanoindentación en muestras ferroelásticas de base zirconia preparadas en la Universidad de California campus Santa Barbara, EE.UU., por el grupo de investigación del Profesor Dr. Carlos G. Levi; para caracterizar y analizar sus propiedades elásticas, elastoplásticas y ferroelásticas, donde la propiedad ferroelástica

fue estudiada para el caso de los cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ). Los cerámicos base zirconia fueron producidas mediante sinterización de polvos obtenidos por co-precipitación reversible usando nitrato de itria, tántala y zirconia como precursor. [35]

Muestras ferroelásticas con estructura tetragonal ( $t'$ ):

-  $92.4\text{ZrO}_2+7.6\text{YO}_{1.5}$  (7YSZ)

-  $66.8\text{ZrO}_2+16.6\text{YO}_{1.5}+16.6\text{TaO}_{2.5}$  (16YTazSZ)

Muestra con estructura cúbica (F):

-  $66.8\text{ZrO}_2+25.5\text{YO}_{1.5}+7.7\text{TaO}_{2.5}$  (25Y7TaSZ)

### **2.2.4.3 Material cerámico BaTiO<sub>3</sub>**

La fabricación de la muestra de BaTiO<sub>3</sub> estudiada en el presente trabajo, fue preparada como parte del trabajo de doctorado de Abel Hurtado [59], obtenida mediante rutas de procesamiento de polvos por molienda de óxidos de Titanio y Bario o Carbonato de Bario, y calcinación a temperaturas de 900°C para obtener la fase cristalina. Uno de los aspectos interesantes del procesamiento del BaTiO<sub>3</sub>, es que presenta fenómenos de crecimiento exagerado de grano hasta alcanzar tamaños gigantes de 1 μm a 5000 μm.

## **2.3 Análisis por el método de elementos finitos**

### **2.3.1 Modelado**

La construcción de los modelos MEF 2D y 3D para simular el proceso de nanoindentación con indentadores de diferentes geometrías fueron realizados utilizando el programa comercial ANSYS<sup>®</sup>, con el fin de analizar el problema de un indentador puesto en contacto para penetrar en la superficie de una muestra.

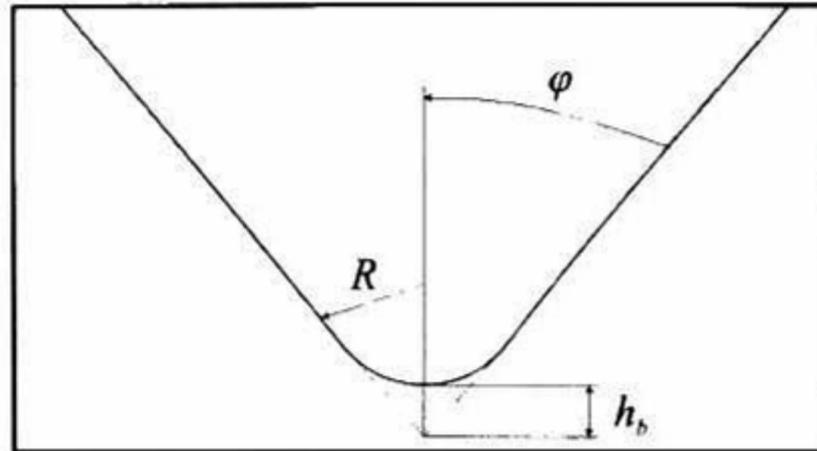
#### **2.3.1.1 Modelo 2D de indentación Berkovich (BK2)**

El MEF fue utilizado para modelar el indentador Berkovich (BK2) en 2D considerando una geometría esferocónica equivalente, y con un modelo 3D en el cual se consideró la geometría del indentador piramidal real, ambos puestos en contacto con muestras elásticas y elastoplásticas.

Las simulaciones de las pruebas de nanoindentación fueron realizadas usando un modelo 2D donde se consideró el desgaste de la punta (achatamiento), y utilizando un modelo 3D tomando en cuenta el efecto de desgaste de las aristas y la punta de la

pirámide real. Para validar ambos modelos, los resultados de las simulaciones de nanoindentación fueron comparadas con las curvas experimentales  $P-h$ .

Los parámetros usados para definir un indentador Berkovich desgastado, modelado como un cono con ángulo de apertura,  $\varphi$ , una extremidad esférica de radio,  $R$ , y una distancia de desgaste,  $h_b$ , fueron considerados como se propone en la literatura [13], y su representación geométrica se muestra en la Figura 32.



**Figura 32. Indentador modelado por un cono con extremidad esférica de radio  $R$ .**

Donde el parámetro denominado como distancia de desgaste,  $h_b$ , es expresado por una simple consideración geométrica como se define en la ecuación 95:

$$h_b = R \left[ \frac{1}{\text{sen}\varphi} - 1 \right] \quad 95$$

El indentador esferocónico el cual es equivalente al indentador Berkovich (BK2) utilizado experimentalmente, tiene un ángulo  $\varphi=70.32^\circ$ , un radio  $R=809.9\text{nm}$ , y una distancia de desgaste  $h_b=42.2\text{nm}$ . Mientras que en el indentador cónico equivalente a un indentador Berkovich perfecto, sólo se considera con un semiángulo de apertura  $\varphi=70.32^\circ$ . Los significados geométricos de los anteriores parámetros son expresados en la Figura 33a para el caso de modelo considerando el desgaste de la punta, y en la Figura 33b para el caso del modelo de un indentador perfecto. Ambos indentadores, tanto en las simulaciones 2D como en las 3D, fueron asumidos perfectamente rígidos y las muestras fueron modeladas como superficies axisimétricas flexibles. Para el caso de las simulaciones 2D, tanto el indentador como las muestras fueron tratadas como sólidos de revolución, donde los nodos a lo largo del eje  $X$  tienen rotación alrededor del eje  $Y$ . En la Figura 33c se ejemplifica la rotación del plano  $XY$  correspondiente a la geometría de la muestra y del indentador Berkovich, utilizadas para la presentación de resultados de las simulaciones 2D.

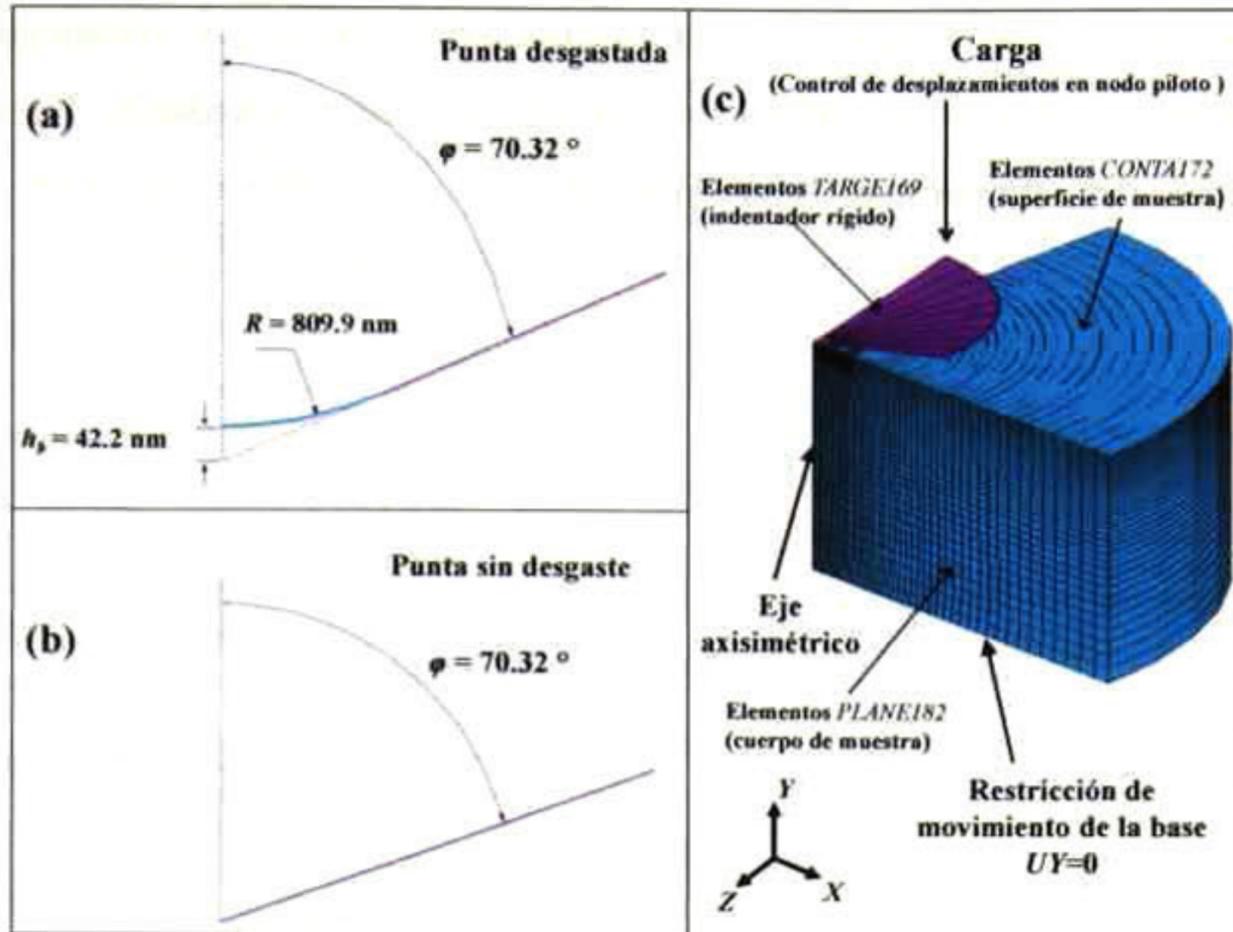


Figura 33. (a) Indentador con desgaste, modelado como un de semiángulo de apertura  $\phi$  y una extremidad esférica con radio  $R$ , (b) indentador perfecto, modelado como un cono de semiángulo de apertura  $\phi$ , y (c) mallado por elementos finitos del modelo 2D del indentador Berkovich (BK2).

Tanto el modelo del indentador Berkovich (BK2) desgastado como el perfecto, representados en forma 2D fueron modelados por elementos rígidos (elementos tipo TARGE169). Las superficies de contacto de las muestras fueron malladas con elementos de contacto de tres nodos (elementos tipo CONTA172). Mientras que las muestras fueron malladas con elementos cuadriláteros lineales axisimétricos constituidos por cuatro nodos (elementos tipo PLANE182). Las geometrías de los elementos para modelar los cuerpos de las muestras y de las superficies de contacto se describen en la Figura 34a y b respectivamente.

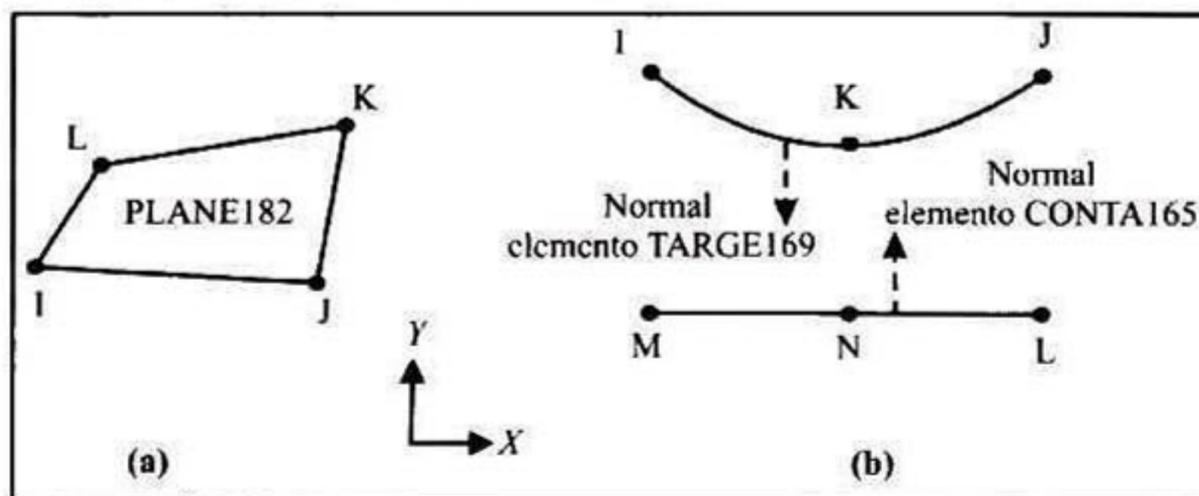


Figura 34. Geometría de elementos para modelado 2D (a) PLANE182, (b) TARGE169 y CONTA165.

Para poder describir las deformaciones y gradientes de esfuerzo asociados a las nanoindentaciones, se utilizaron tamaños de elementos desde 1nm a 8.5nm debajo del

indentador. Se llevaron a cabo simulaciones por MEF con mayor afinamiento en el mallado y no se observaron diferencias en los resultados. Quedando las muestras representadas por geometrías cilíndricas de espesor y radio de  $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ , respectivamente (ver Figura 33). El tipo de análisis, número de elementos y nodos utilizados en las simulaciones 2D se reportan en la Tabla 2.

Modelo 2D de punta desgastada			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	PLANE182	CONTA172	TARGE169
Número de elementos	14655	188	4
Número de nodos	14852	187	6
Modelo 2D de punta sin desgaste			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	PLANE182	CONTA172	TARGE169
Número de elementos	14655	188	1
Número de nodos	14852	187	2

**Tabla 2. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 2D de punta Berkovich (BK2).**

### 2.3.1.2 Modelo 3D de indentación Berkovich (BK2)

La punta piramidal triangular equivalente al nanoindentador Berkovich real, tiene un semiángulo de apertura  $\alpha = 65.3^\circ$  entre cualquiera de las caras y el eje  $Y$ , y un semiángulo de apertura  $\theta = 77.03^\circ$  entre cualquiera de las esquinas y el eje  $Y$ , los anteriores parámetros están expresados con el modelo 3D en Figura 35a. La geometría equivalente al nanoindentador Berkovich experimental, definiendo su desgaste en el modelo como redondeos ( $R_d = 933\text{nm}$ ) entre las aristas de la pirámide, al igual que la geometría equivalente a un nanoindentador Berkovich perfecto, se muestran en la Figura 35b.

En la Figura 35c se presenta el modelo 3D del indentador Berkovich y de la muestra. Por simetría, sólo una sexta parte del modelo completo (punta y muestra) fue analizada en las simulaciones (ver Figura 35a), por lo que los resultados fueron reflejados en los planos adyacentes para reproducir la geometría completa. Con el fin de validar la convergencia y adecuado diseño de las simulaciones MEF 3D, modelos con mallados más finos fueron elaborados y no se obtuvieron desviaciones en los resultados.

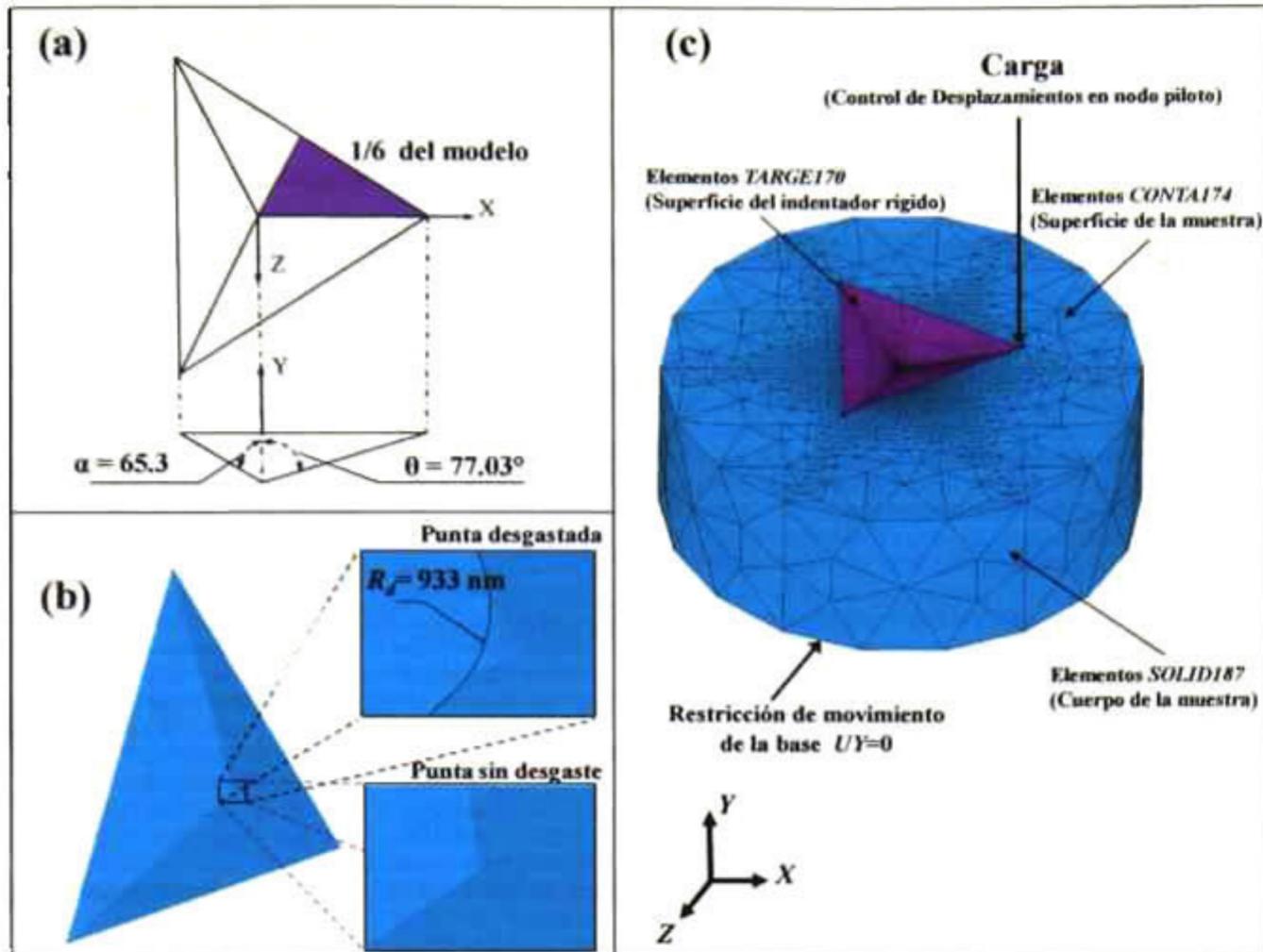


Figura 35. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) punta perfecta, y punta con desgaste, y (c) mallado del modelo 3D para la simulación de la nanoindentación Berkovich (BK2).

Ambos modelos del indentador Berkovich con desgaste y sin desgaste fueron modelados con elementos rígidos (elementos tipo TARGE169) al igual que el modelo del indentador Berkovich. La superficie de contacto quedó constituida por elementos de contacto de ocho nodos (elementos tipo CONTA174). Las geometrías de los elementos para modelar los cuerpos de las muestras y las superficies de contacto se describen en la Figura 36a y b respectivamente.

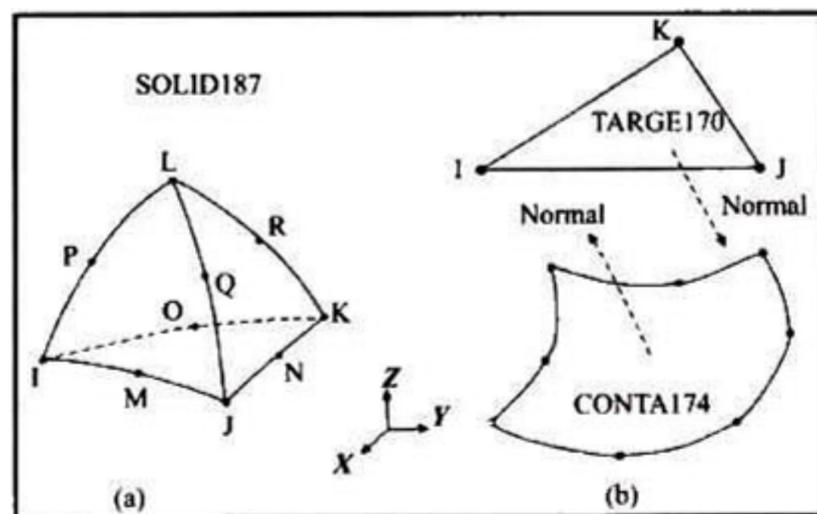


Figura 36. Geometría de elementos para modelado 3D tipo (a) SOLID187, (b) TARGE170 y CONTA174.

La región de la muestra alrededor del indentador cuenta con un afinamiento en el mallado, permitiendo modelar el gradiente de esfuerzo con buena precisión, teniendo la muestra debajo del indentador tamaños de elementos de entre 1nm-20nm. Finalmente

las muestras fueron modeladas con elementos tetragonales cuadráticos de diez nodos (elementos tipo SOLID187), quedando las muestras representadas por geometrías cilíndricas de espesor y radio de  $6\mu\text{m}$  x  $8.685\mu\text{m}$ , respectivamente. El tipo de análisis, número de elementos y nodos utilizados en las simulaciones 3D se reportan en la Tabla 3.

Modelo 3D de punta desgastada			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	SOLID187	CONTA174	TARGE170
Número de elementos	26863	1363	97
Número de nodos	40143	2860	115
Modelo 3D de punta sin desgaste			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	SOLID187	CONTA174	TARGE170
Número de elementos	26863	1363	649
Número de nodos	40143	2860	719

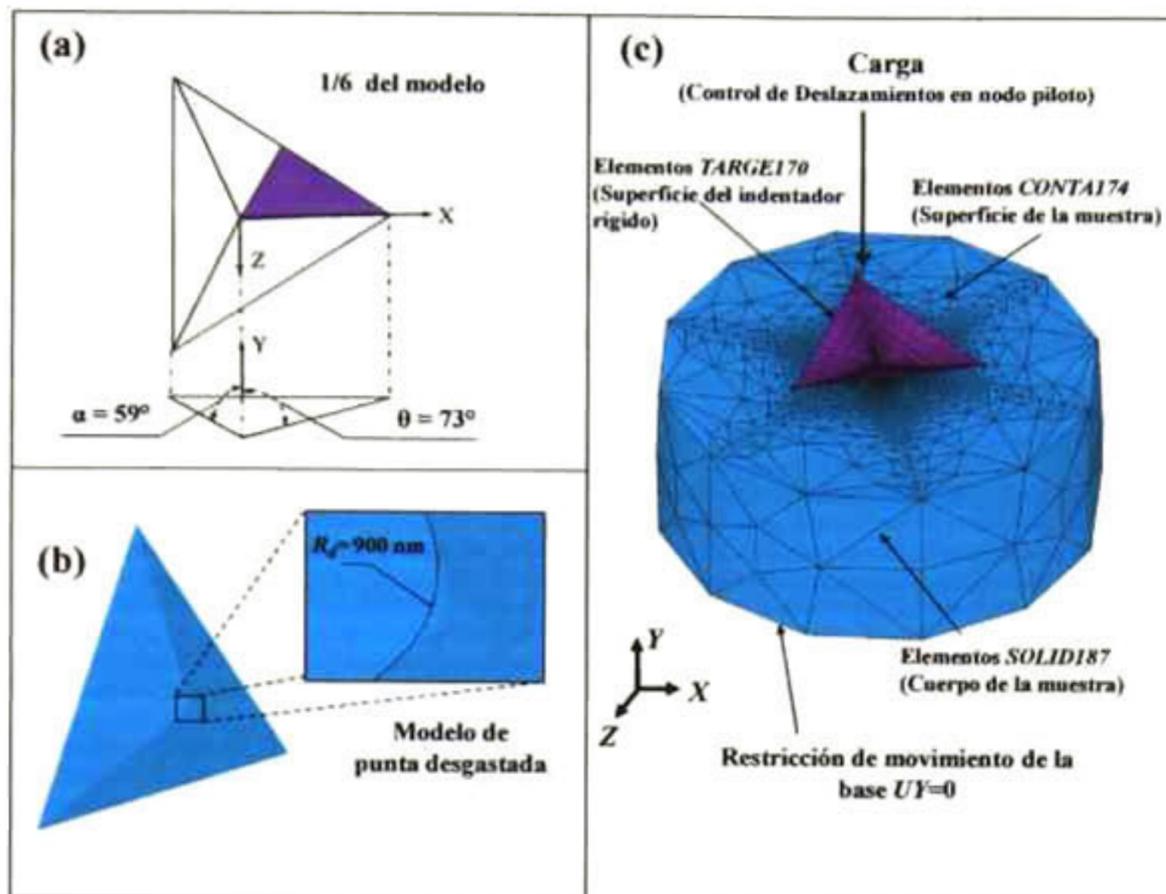
**Tabla 3. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Berkovich (BK2).**

Es posible definir la carga ejercida en el modelo tanto con una fuerza como con un desplazamiento, aplicados en el indentador. Resultados similares fueron obtenidos con cualquiera de las dos formas de carga. En el presente trabajo, los desplazamientos del indentador fueron controlados. Entonces, la fuerza ejercida en el indentador rígido fue calculada por la sumatoria de las fuerzas de reacción en la dirección  $Y$  en el nodo piloto, donde se aplicaron los desplazamientos al modelo.

### 2.3.1.3 Modelo 3D de indentación Berkovich (BK1)

En las simulaciones de las nanoindentaciones mediante la punta Berkovich (BK1), se consideró un modelo tomando en cuenta la geometría equivalente del nanoindentador piramidal triangular en 3D, considerando su desgaste representado en el modelo como redondeos ( $R_d = 900\text{nm}$ ) entre las aristas de la pirámide. Para simular el desgaste más pronunciado en las aristas de la punta Berkovich (BK1), el semiángulo de apertura entre cualquiera de las caras y el eje  $Y$  fue definido de  $59^\circ$ , y un semiángulo de apertura de  $73^\circ$  entre cualquiera de las esquinas y el eje  $Y$ , los anteriores parámetros están expresados físicamente en Figura 37a y b. Donde la parte sin desgaste no se consideró importante ya que las profundidades de penetración experimentales generadas durante las pruebas de nanoindentación en los presentes estudios no rebasaron la altura con desgaste de la punta real.

Las muestras fueron representadas por geometrías cilíndricas de espesor y radio de  $12\mu\text{m} \times 13\mu\text{m}$ , respectivamente. En la Figura 37c se muestran los modelos 3D del indentador Berkovich y de la muestra. Por simetría, sólo una sexta parte del modelo completo (punta y muestra) fue analizada en las simulaciones, entonces los resultados fueron reflejados en los planos adyacentes para reproducir la geometría completa.



**Figura 37. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) desgaste de las aristas y de la punta, y (c) mallado MEF utilizados en las simulaciones de las nanoindentaciones Berkovich.**

El indentador Berkovich fue modelado con elementos rígidos (elementos tipo TARGE169). Las superficies de contacto de las muestras quedaron constituidas por elementos de contacto de ocho nodos (elementos tipo CONTA174). Las muestras fueron modeladas con elementos tetragonales cuadráticos de diez nodos (elementos tipo SOLID187). Las regiones de las muestras alrededor del indentador fueron malladas con tamaños de elementos finos de  $6.5\text{nm}$  debajo del indentador. La fuerza ejercida en el indentador rígido fue calculada por la sumatoria de las fuerzas de reacción en la dirección  $Y$  en el nodo piloto, donde se aplicaron los desplazamientos al modelo. El tipo de análisis, número de elementos y nodos utilizados en las simulaciones 3D se reportan en la Tabla 4.

Modelo 3D de punta desgastada			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	SOLID187	CONTA174	TARGE170
Número de elementos	27620	1338	113
Número de nodos	41180	2809	133

**Tabla 4. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Berkovich (BK1).**

#### 2.3.1.4 Modelo 2D de indentación Esferocónica

El modelo 2D de la punta esferocónica se construyó considerando una geometría cónica con un semiángulo de apertura de  $\varphi = 45^\circ$  entre la pared del cono y el eje  $Y$  de simetría. La punta fue representada por dos radios que corresponden a la punta esférica y el radio de transición a la geometría cónica ( $R$  y  $R_t$ , respectivamente). Las magnitudes de  $R$  y  $R_t$  se determinaron por análisis de imágenes obtenidas con AFM. El significado geométrico de los anteriores parámetros son expresados en la Figura 38a. Tanto el modelo del indentador como el de las muestras fueron asumidos como cuerpos deformables, las cuales fueron modeladas como sólidos de revolución, ver Figura 38b. Los nodos a lo largo del eje  $X$  tienen axisimetría al rededor del eje  $Y$  según los ejes de referencia de la Figura 38b.

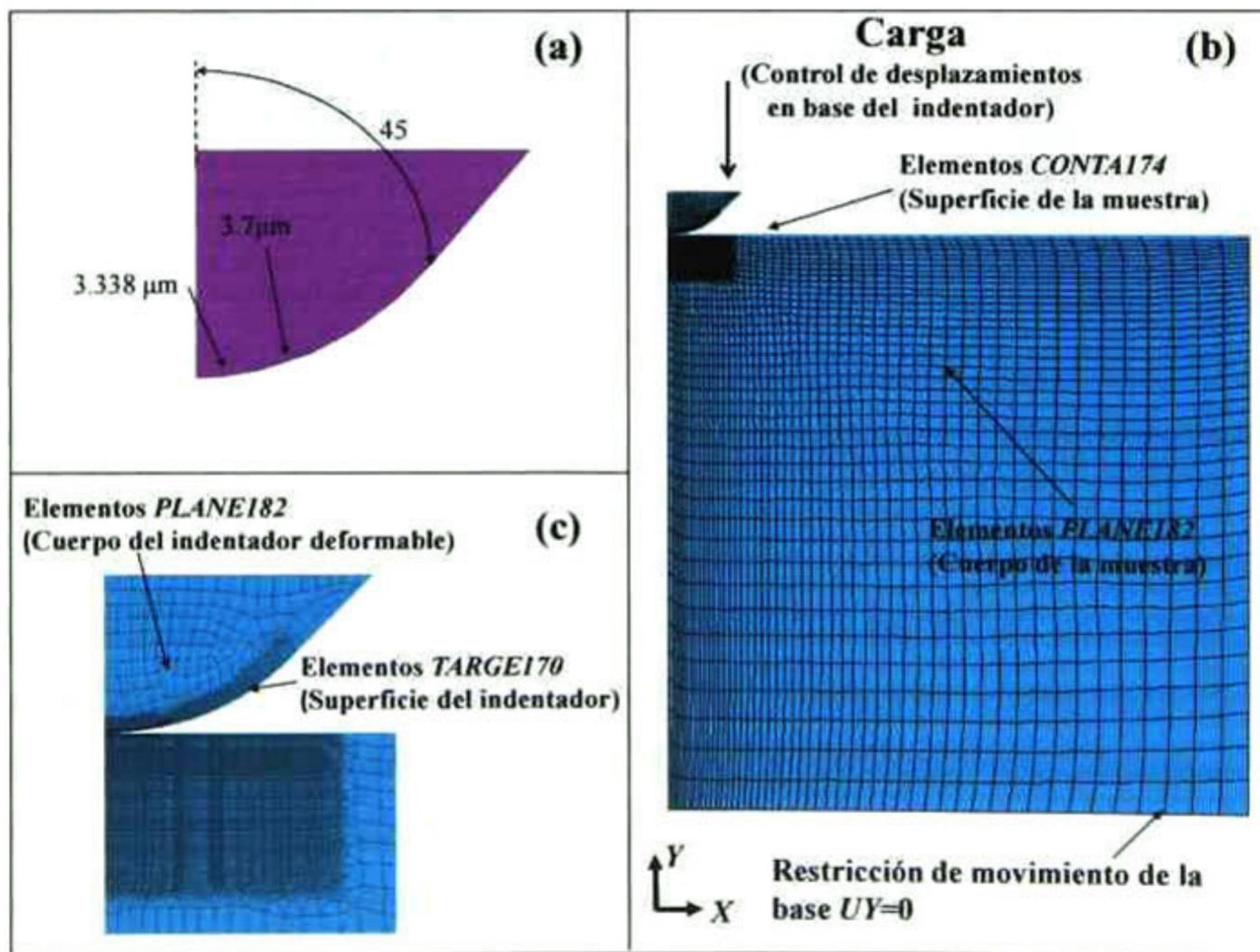


Figura 38. (a) Geometría del indentador esferocónico, (b) mallado del modelo MEF completo y (c) mallado fino de la punta y muestra en el contacto.

Tanto el indentador como las muestras, fueron modelados con elementos cuadráticos de cuatro nodos (elementos tipo PLANE182). Las regiones de las muestras alrededor de la zona de contacto con el indentador fueron construidas con un mallado fino con tamaños de elementos desde los 2nm hasta los 16nm, como se puede apreciar en la Figura 38c. La superficie de contacto del indentador esferocónico fue modelado con elementos deformables de contacto de tres nodos (elementos tipo TARGE169), mientras que las

superficies de contacto de las muestras fueron constituidas por elementos de contacto de tres nodos (elementos tipo CONTA172). Quedando las muestras representadas por geometrías cilíndricas de espesor y radio de 30 $\mu$ m. Las cargas aplicadas fueron controlados mediante desplazamientos del indentador. Por lo tanto, la fuerza ejercida en el indentador fue calculada por la sumatoria de las fuerzas de reacción en la dirección Y en las muestras. El tipo de análisis, número de elementos y nodos utilizados en las simulaciones 2D se reportan en la Tabla 5.

Modelo 2D de punta desgastada			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	PLANE182	CONTA172	TARGE169
Número de elementos	23491	502	532
Número de nodos	24142	503	533

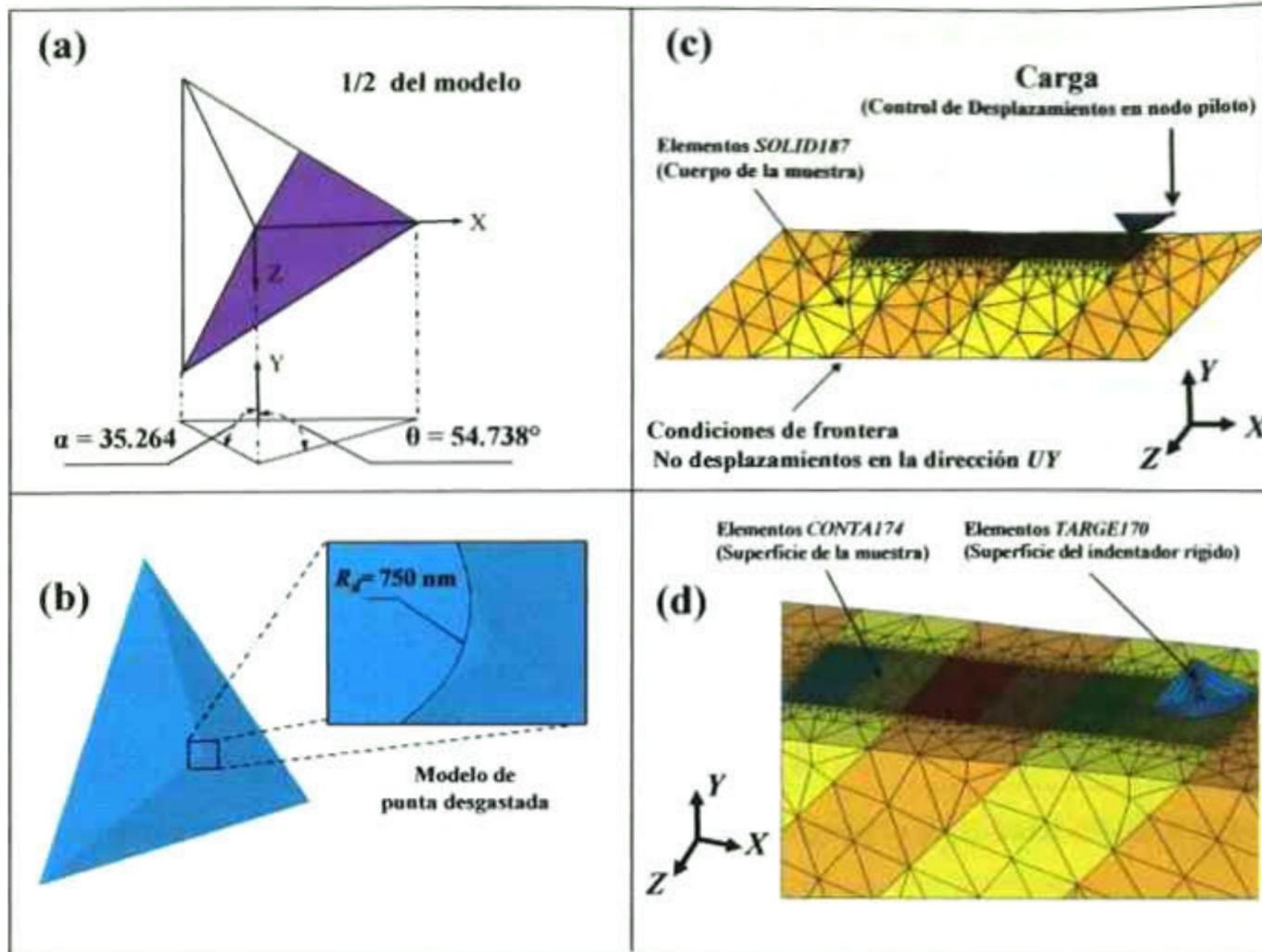
**Tabla 5. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 2D de punta esferocónica.**

Con el fin de validar la convergencia y el adecuado diseño de las simulaciones MEF, modelos con mallados más finos fueron elaborados y no se obtuvieron desviaciones en los resultados.

### **2.3.1.5 Modelo 3D de indentación Cube Corner**

En la geometría del modelo equivalente del nanoindentador Cube Corner utilizado, fue considerado el desgaste natural de la punta mediante redondeos ( $R_d=750$ nm) entre las aristas de la pirámide. Con el semiángulo de apertura entre cualquiera de las caras y el eje Y definido de 35.264°, y un semiángulo de apertura de 54.738° entre cualquiera de las esquinas y el eje Y, los anteriores parámetros están expresados físicamente en la Figura 39a y b, respectivamente.

En la Figura 39c, se muestran los modelos 3D del indentador Cube Corner y del material cerámico. Por simetría, sólo la mitad del modelo completo (punta y muestra) fue analizado en las simulaciones, entonces los resultados fueron reflejados en el plano XY para reproducir la geometría completa (ver Figura 39d).



**Figura 39. (a) Geometría del indentador piramidal, (b) desgaste de las aristas y de la punta, (c) mallado por MEF usado en las simulaciones de las nanoindentaciones con el modelo 3D Cube Corner y (d) reflejo del modelo en el plano XY.**

El indentador Cube Corner fue modelado con elementos rígidos (elementos tipo TARGE170). La superficie de contacto de la muestra quedó constituida por elementos de contacto de ocho nodos (elementos tipo CONTA174).

Para el caso de la simulación en el material de sílice fundida, la muestra fue modelada con elementos tetragonales cuadráticos de diez nodos (elementos tipo SOLID187, ver Figura 36) y el cuerpo de la muestra modelada con una geometría cilíndrica con un diámetro de  $777 \text{ nm}$  y  $1.1 \mu\text{m}$  de espesor.

Las regiones de la muestra alrededor de la zona de indentación fueron malladas con tamaños de elementos desde  $0.8 \text{ nm}$  a  $70 \text{ nm}$ .

En las simulaciones correspondientes a las nanoindentaciones en el cerámico  $\text{BaTiO}_3$ , la muestra fue modelada con elementos tetragonales cuadráticos de ocho nodos (elementos tipo SOLID185). La geometría de los elementos para modelar el cuerpo de la muestra y las superficies de contacto se describen en la Figura 40 y Figura 36b, respectivamente.

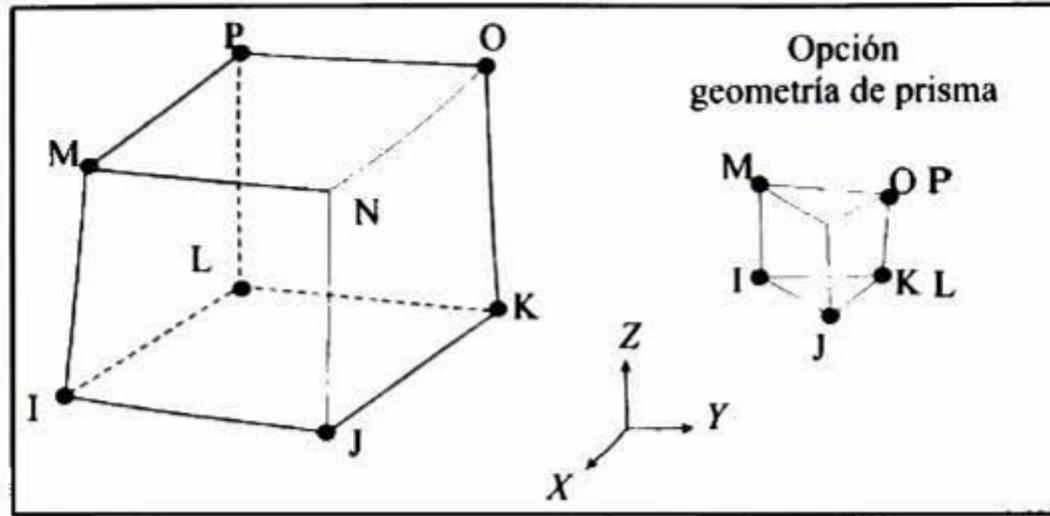


Figura 40. Geometría de elementos para modelado 3D tipo SOLID185.

Las regiones de la muestra alrededor de las zonas de indentación fueron malladas con tamaños de elementos de 70nm a 0.8 $\mu$ m. Quedando la muestra representada por geometrías rectangulares simulando la estructura de los dominios indentados presentados a detalle en la siguiente sección. El tipo de análisis, y el número de elementos y nodos utilizados en las simulaciones 3D se reportan en la Tabla 6.

Modelo 3D en muestra de sílice fundida			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	SOLID187	CONTA174	TARGE170
Número de elementos	26693	1363	73
Número de nodos	39911	2860	87
Modelo 3D en muestra BaTiO <sub>3</sub>			
Tipo de análisis	Estático		
Tipo de elemento	SOLID185	CONTA174	TARGE170
Número de elementos	146311	7979	961
Número de nodos	28534	4167	1009

Tabla 6. Datos usados en el programa de MEF para el modelo 3D de punta Cube Corner.

En las simulaciones realizadas en el presente estudio, los desplazamientos del indentador fueron controlados. La fuerza ejercida en el indentador rígido fue calculada por la sumatoria de las fuerzas de reacción en la dirección  $Y$  en el nodo piloto, donde se aplicaron los desplazamientos al modelo. Con el fin de validar la convergencia y el adecuado diseño de las simulaciones MEF, modelos con mallados más finos fueron elaborados y no se obtuvieron desviaciones en los resultados.

En el diagrama de flujo que se presenta en la Figura 41, se esquematizan los pasos que se siguieron para generar las simulaciones MEF desarrolladas en el presente trabajo.

[95]

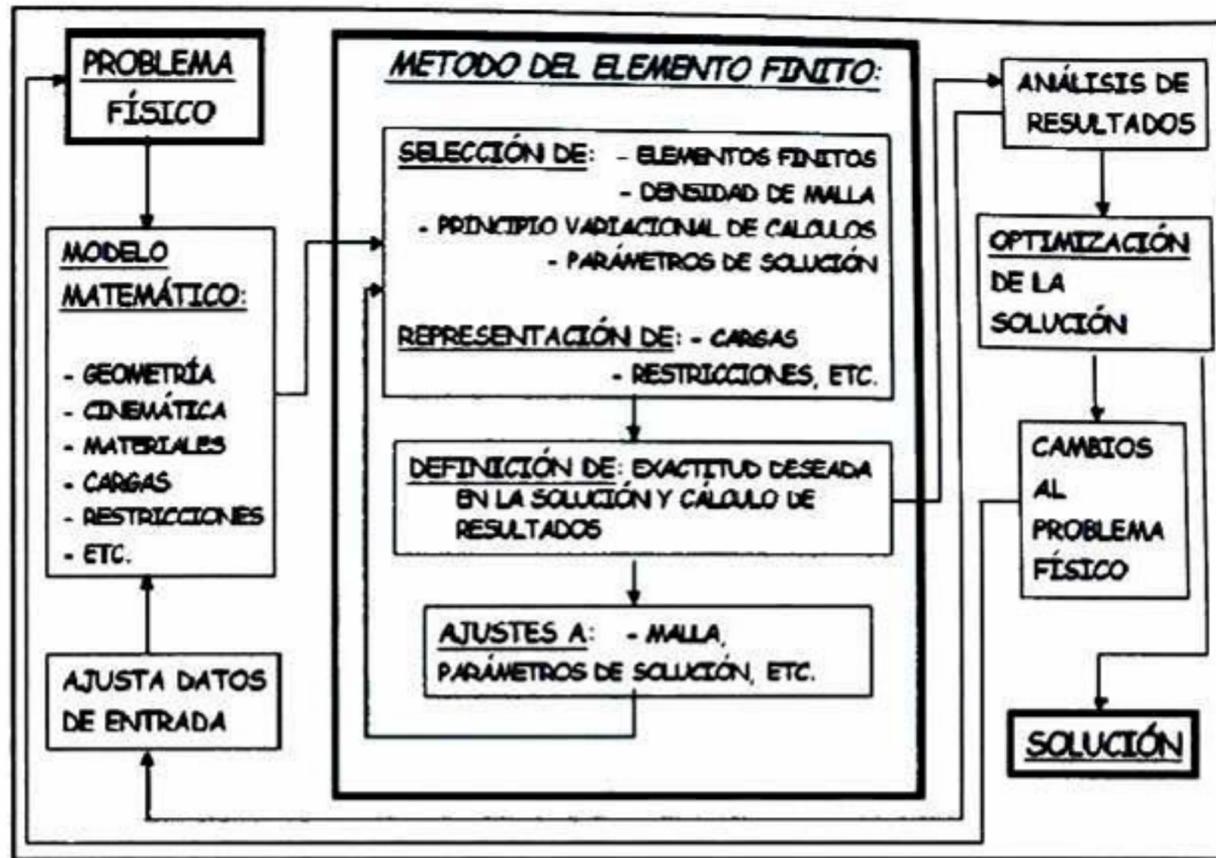


Figura 41. Diagrama de flujo del análisis por MEF.

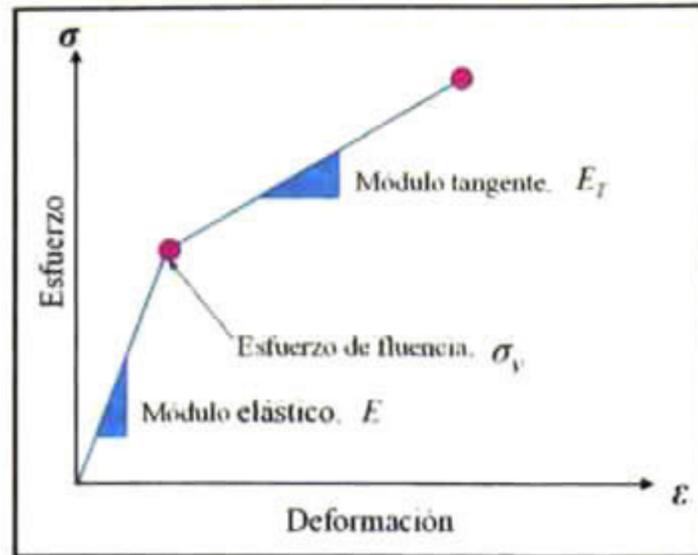
Es posible realizar tanto optimización topológica como de forma basado en modelos de elementos finitos, prácticamente con cualquier tipo de cargas y restricciones sin ser necesaria una parametrización del modelo geométrico.

Para realizar una optimización estructural es necesario realizar un análisis estructural a través del método de elementos finitos para determinar el estado de esfuerzos. En particular, el desarrollo de dicho procedimiento puede ser encontrado en un estudio presentado a detalle en la literatura [96].

## 2.3.2 Teoría de plasticidad aplicada para la simulación MEF

### 2.3.2.1 Ley constitutiva aplicada en la simulación MEF de la nanoindentación elastoplástica

Los especímenes se asumieron como materiales elásticos-elastoplásticos bilineales con características de endurecimiento por deformación. El comportamiento mecánico de los materiales fue definido con cuatro parámetros: módulo de Young  $E$ , relación de Poisson  $\nu$ , esfuerzo de cedencia  $\sigma_y$ , y módulo de endurecimiento  $E_T$ . Para simplificar la simulación, una aproximación lineal de la curva esfuerzo-deformación fue elegida como se muestra en la Figura 42 [24].



**Figura 42. Modelo de cedencia y de endurecimiento por deformación.**

Donde la simplificación el módulo de endurecimiento del material, se puede expresar de la siguiente manera [24]:

$$E_T = \frac{\sigma_T - \sigma_y}{\epsilon_T - \epsilon_y} \quad 96$$

En la anterior ecuación,  $\sigma_T$  y  $\epsilon_T$  son el esfuerzo y la deformación relativa, mientras que  $\sigma_y$  y  $\epsilon_y$  son el esfuerzo y la deformación de cedencia del material, respectivamente. Como  $E_T$  es igual a la pendiente de la curva esfuerzo-deformación plástica, su valor indica la capacidad de endurecimiento por deformación del material, en nuestro caso, debido a que  $\sigma_T$  y  $\epsilon_T$  son difíciles de determinar en una nanoindentación experimental, se iteraron los valores de  $E_T$  hasta encontrar la mejor aproximación para las curvas elástico-plásticas  $P-h$  experimentales. Las propiedades de los materiales utilizadas para las simulaciones MEF 2D y 3D se presentan en la Tabla 10.

Los materiales estudiados, fueron asumidos isotrópicos, continuos y homogéneos. Las propiedades mecánicas de la muestra de sílice fundida, módulo de Young y dureza,  $E$  y  $H$ , respectivamente (ver Tabla 1) fueron determinadas experimentalmente.

El límite de elasticidad es un parámetro crucial en la simulación MEF dentro del régimen elastoplástico. Para la determinación del esfuerzo de cedencia se siguieron dos distintos métodos. En primer lugar, utilizando la ecuación 37 (donde se maneja  $H=P_m$ ). Y también se determinó mediante el análisis de las curvas experimentales  $P-h$  en conjunto con su transformación a las curvas esfuerzo-deformación de indentación,  $P_m-a/R$ , donde  $P_m$  es la presión de contacto y la deformación de indentación es la relación entre el radio de contacto,  $a$ , con el radio de la punta  $R$ . El punto de cedencia elastoplástica puede ser identificado por un ajuste lineal del régimen elástico. La inflexión en la curva  $P_m-a/R$  es entonces considerada como el punto de cedencia, y fue confirmado con la aparición de las huellas residuales en la superficie de la muestra,

representando el comienzo de la plasticidad. La fricción entre el indentador y la muestra durante la simulación de los experimentos fue ignorada, la misma consideración es adoptada en la literatura [26].

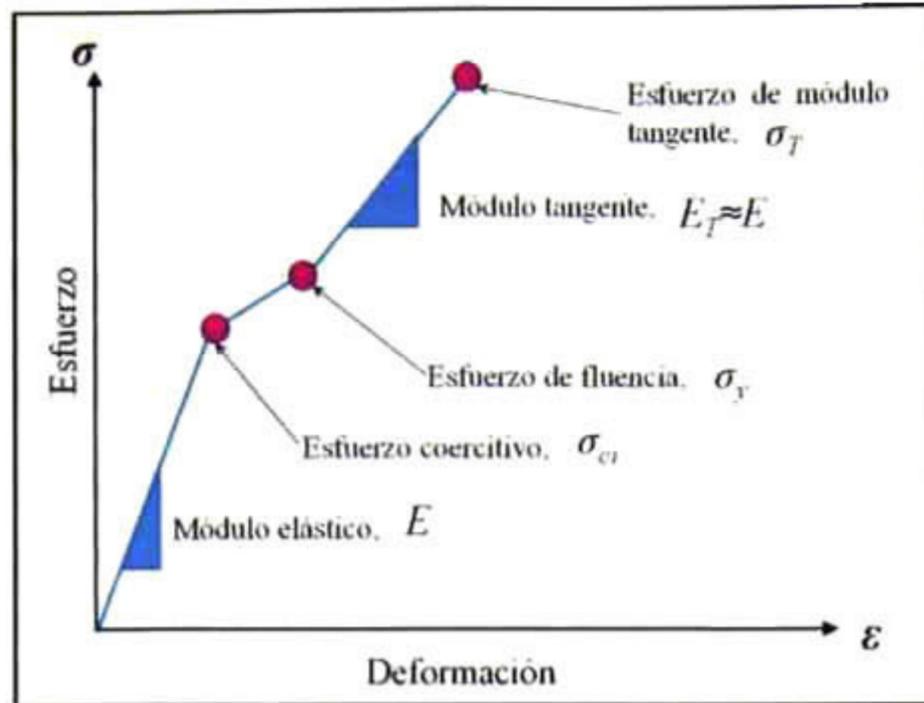
El límite elástico también se comparó con los valores de esfuerzos que se obtuvieron mediante el estudio de la distribución de esfuerzos de las simulaciones con los modelos MEF 2D y 3D, a través del análisis del esfuerzo cortante máximo a la carga de indentación, justo antes de que se presentara el comportamiento elastoplástico, y haciendo uso del criterio de von Mises [71], entonces el valor del esfuerzo cortante máximo se relacionó con el esfuerzo de cedencia como:

$$\tau_{max} = 0.58\sigma_y \quad 97$$

En resumen, los valores de esfuerzo de cedencia, calculados con la teoría de Marsch y el método experimental aquí propuesto, se utilizaron para las simulaciones MEF.

### **2.3.2.2 Ley constitutiva aplicada en la simulación MEF de la nanoindentación con comportamiento ferroelástico**

El esfuerzo inducido debido al fenómeno de re-direccionamiento, es un cambio permanente de las deformaciones, tal como el comportamiento del cambio martensítico, o como es el caso de la respuesta con deformación ferroeléctrica, teniendo ambas características similares. Por lo tanto, el comportamiento descrito por el trabajo de Baither [41], puede describir sistemas de ferroelasticidad tal como se describen los comportamientos de las aleaciones con memoria de forma por curvas esfuerzo-deformación [88]. Tal modelado requiere de la selección de un criterio de cedencia y una ley de endurecimiento, entonces el criterio von Mises/Hill [73] y de endurecimiento por deformación se utilizaron aquí como se esquematiza en la Figura 43. Las muestras se asumieron como materiales elastoplásticos multilineales con características de endurecimiento. El comportamiento mecánico de los materiales fue definido con cuatro parámetros: módulo de Young,  $E$ , relación de Poisson,  $\nu$ , esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , esfuerzo de cedencia,  $\sigma_y$ , y esfuerzo de endurecimiento para la definición del módulo tangente,  $\sigma_T$ .



**Figura 43. Modelo de cedencia y de endurecimiento por deformación, elastoplástico multilíneal.**



### 3. Resultados y discusión

#### 3.1 Nanoindentación Berkovich (BK2) en material de referencia

##### 3.1.1 Caracterización y calibración del indentador

###### 3.1.1.1 Método convencional por nanoindentación

Como se mencionó anteriormente, para la reproducción de la geometría real del indentador Berkovich (BK2), varios métodos fueron utilizados, incluyendo la determinación de la función de área basado en el M-O&M, y adicionalmente mediante el análisis de imágenes obtenidas por AFM y SEM. La determinación de la función de área usando el M-O&P, fue realizada con profundidades de penetración dentro del rango de 0-108.5nm con experimentos llevados a cabo en la muestra de sílice fundida. Las áreas de contacto,  $A_c$ , fueron determinadas de los valores experimentales de rigidez de contacto,  $S$ , haciendo uso de la relación rigidez/área de contacto:

$$A_c = \frac{\pi}{4} \left( \frac{S}{\beta E_{eff}} \right)^2 \quad 98$$

Usando el procedimiento estándar de ajuste, los datos  $A_c-h_c$  de la Figura 44, se comprobó que su comportamiento estaba bien descrito por la siguiente relación:

$$A_c(h_c) \approx C_0 h_{ci}^2 + C_1 h_{ci} + C_2 h_{ci}^{1/2} + C_3 h_{ci}^{1/4} + C_4 h_{ci}^{1/8} + C_5 h_{ci}^{1/16} \quad 99$$

donde  $C_0=24.5$ ,  $C_1=10409.27703$ ,  $C_2=-407349.832021$ ,  $C_3=3518881.985142$ ,  $C_4=-8016527.213125$  y  $C_5=4914264$ .

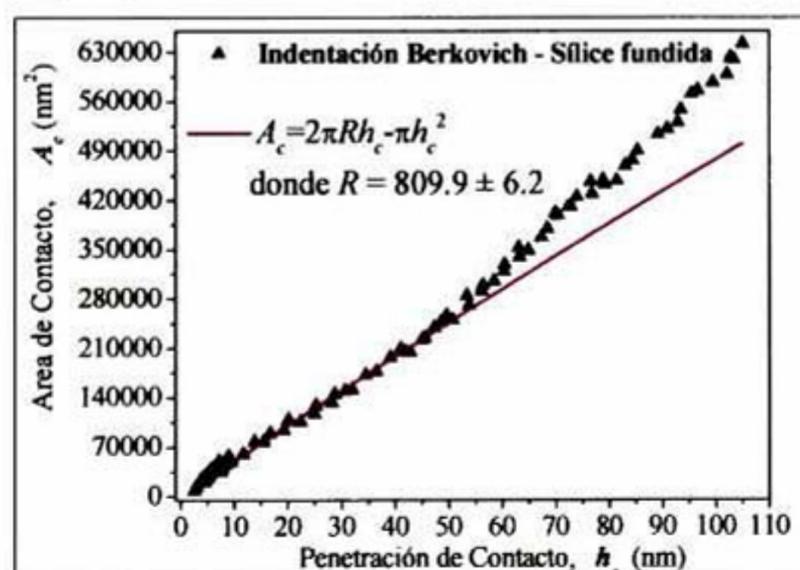


Figura 44. (triángulos) Función de área de contacto experimental para el indentador Berkovich (BK2) a penetraciones arriba de 100nm, (línea roja) comparada con el ajuste analítico a bajas penetraciones usando la ecuación 100.

Algunas interpretaciones físicas de las primeras dos constantes del polinomio mencionado, han sido reportadas en la literatura [72]. La primer constante representa la geometría cónica o piramidal del indentador ( $C_0 = 24.56$  para un indentador Berkovich sin desgaste en la punta). La segunda constante describe una geometría esférica dentro del límite  $h_c \ll R$ . La forma de la anterior relación, se ha estudiado que funciona adecuadamente para un indentador Berkovich desgastado [16]. En el anterior análisis, se utiliza la relación exacta para una esfera:

$$A_c = 2\pi R h_c - \pi h_c^2 \quad 100$$

La ecuación 100, provee una forma natural de interpolar entre los dos importantes casos de límites de contacto esférico a profundidades pequeñas, y contacto cónico o piramidal a grandes profundidades. Usando la ecuación 100, el valor promedio de radio de curvatura del indentador fue determinado mediante una aproximación no lineal, usando veinticinco puntos experimentales  $A_c-h_c$  llevados a cabo a cargas bajas de  $P=46.5\mu\text{N}$  a  $P=2994.7\mu\text{N}$ , como se muestra en la Figura 44. El valor experimental del radio del indentador Berkovich (BK2) fue estimado en  $R=809.9\pm 6.2\text{nm}$ .

### 3.1.1.2 Análisis de micrografías AFM

Las micrografías del desgaste del indentador Berkovich (BK2) obtenidas mediante AFM en modo de contacto, son mostradas en Figura 45. Las imágenes, con un tamaño de escaneo de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  muestran claramente el desgaste del indentador debido al proceso normal de su uso, presentado cierta simetría en cualquier dirección con un redondeo adicional en las aristas del indentador. El desgaste de la punta del indentador fue representado geoméricamente mediante redondeos entre las aristas, por el parámetro denominado “radio de desgaste”,  $R_d=900\text{nm}$ .

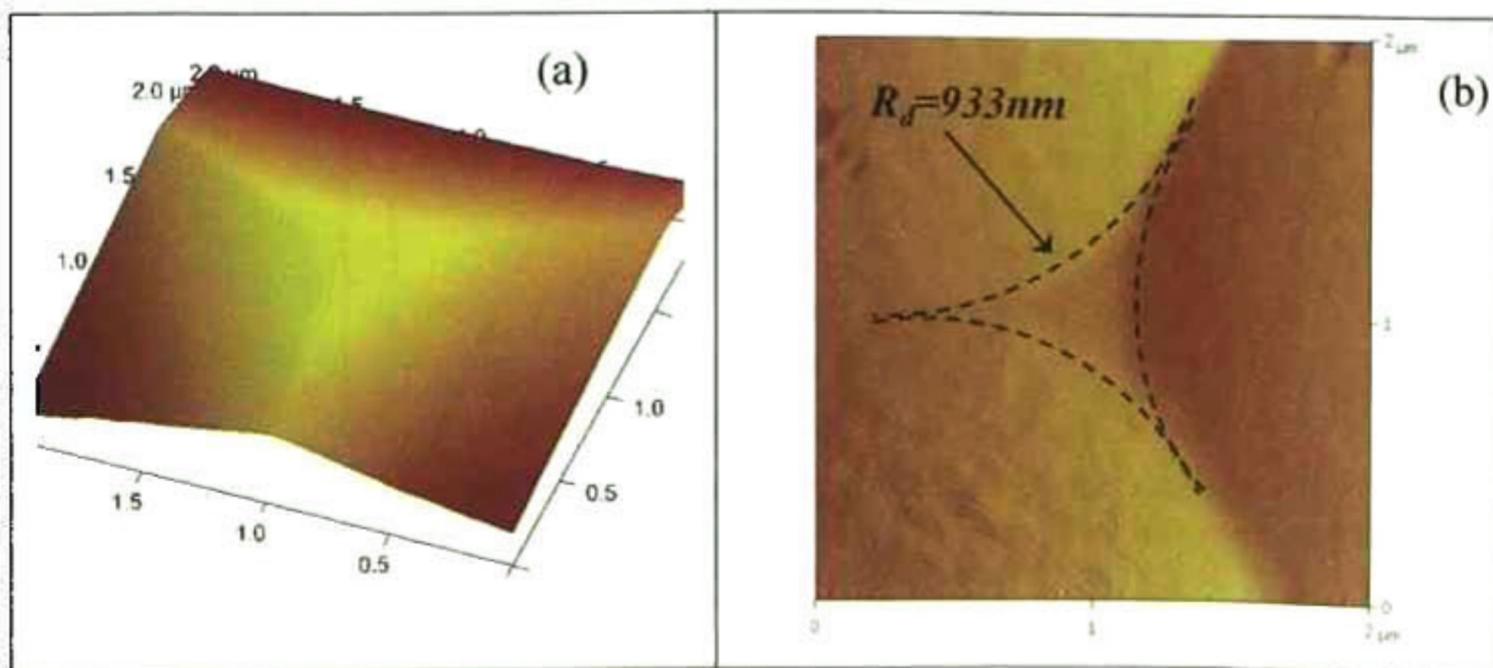


Figura 45. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Berkovich.

### 3.1.1.3 Análisis de micrografía SEM

La forma del indentador desgastado, fue también observado mediante microscopía electrónica de barrido con un aumento de 2500X, mostrada en la Figura 46.



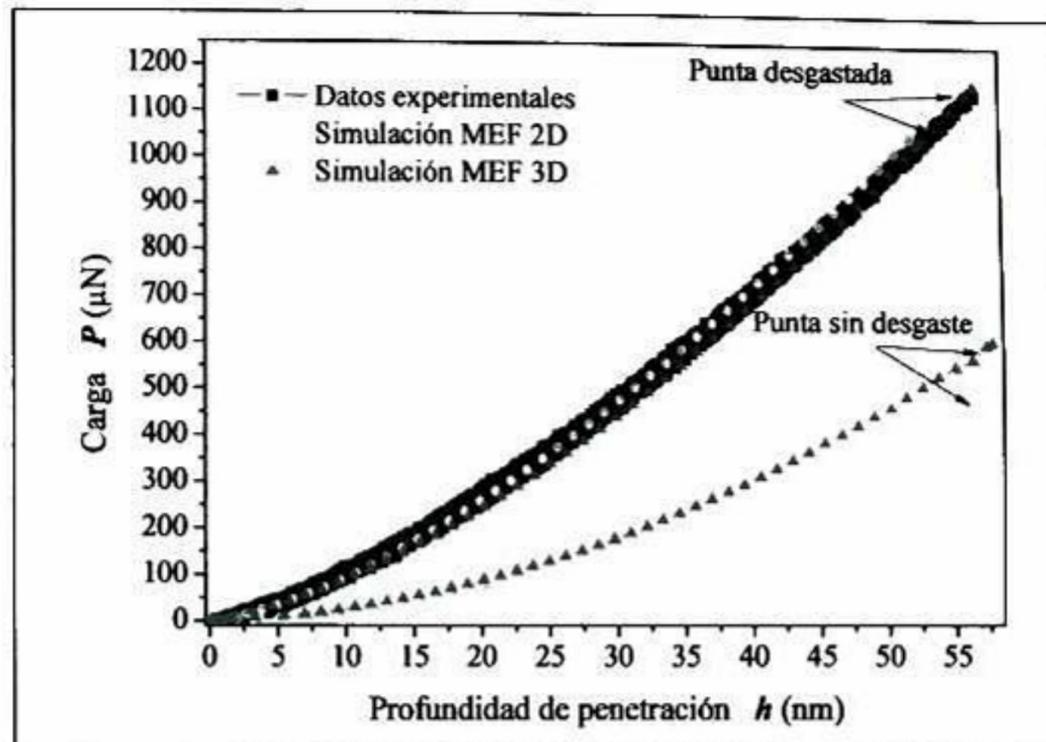
Figura 46. Imagen SEM con aumento de 2500X del indentador Berkovich.

## 3.1.2 Experimentación y simulación de las curvas $P-h$

### 3.1.2.1 Nanoindentación elástica

Pruebas de nanoindentación en el sistema Ubi-1 Nanomechanical Test Instrument Hysitron® fueron hechas con el indentador tipo Berkovich (BK2), usando ciclos de indentación de carga bajo un modo de “Control de Carga” que mantiene continuos ambos ciclos de carga y descarga, durando un experimento un tiempo total de 20 segundos. Como se menciona anteriormente, el radio de curvatura del indentador Berkovich fue obtenido de la mejor aproximación de la curva  $Ac-hc$  usando la ecuación 100. El valor de 829nm fue usado como parámetro inicial en las simulaciones MEF 2D de una nanoindentación experimental representativa en sílice fundida, con el objetivo de corroborar el radio de curvatura del indentador,  $R$ , obtenido experimentalmente (Anexo 1). De igual manera, series de simulaciones MEF fueron llevadas a cabo en sílice fundida variando el radio de desgaste,  $R_d$ , del indentador en el modelo 3D con la geometría real del indentador desgastado (Anexo 2). Las simulaciones realizadas en el presente estudio, se mantuvieron dentro del comportamiento elástico del material, y fueron comparadas con los resultados obtenidos experimentalmente mediante una nanoindentación elástica con una carga máxima de  $P_{max}=1151\mu\text{N}$ . Como resultado, con radios de curvatura de  $R=809.9\text{nm}$  para el modelo 2D, y de  $R = 880\text{nm}$   $R_d = 933\text{nm}$  para el modelo 3D, se obtuvieron resultados satisfactorios. Adicionalmente, se realizaron comparaciones de simulaciones por MEF 2D y 3D, usando indentadores

Berkovich perfectos sin desgaste, con los datos experimentales de nanoindentación en sílice fundida, los resultados se pueden observar en la Figura 47.



**Figura 47. Comparación de las simulaciones de las nanoindentaciones en sílice fundida elástica por MEF 2D y 3D con los datos experimentales, utilizando los modelos de la punta Berkovich perfecta y desgastada (BK2).**

El uso de los modelos con desgaste, tanto para el caso 2D como para el 3D en las simulaciones por MEF, son justificados por el estudio de las diferencias obtenidas en las curvas  $P-h$  cuando se realizan las simulaciones con modelos 2D y 3D de indentadores perfectos, presentando desviaciones considerables respecto a los datos experimentales. Mientras que los modelos con puntas desgastadas han mostrado que las curvas  $P-h$  pueden ser bien ajustadas con los resultados experimentales, ya sea representando la sección del área real del indentador en forma de pirámide triangular de base truncada con el modelo 3D con desgaste en su punta, o con un modelo esferocónico 2D. Comparando los resultados experimentales de los valores de  $P_{max}$  con el de las simulaciones en las cuales se considero el desgaste, se obtuvieron diferencias del 3.82% para el caso 2D, y del 1.13% para el 3D. Mientras que los modelos 2D y 3D con puntas perfectas mostraron desviaciones de alrededor del 60% respecto a los datos experimentales, como lo muestra la Figura 47.

La exactitud de las curvas  $P-h$  provenientes de las simulaciones por MEF con los modelos 2D y 3D considerando puntas perfectas no es buena, debido a que el efecto de la geometría real desgastada no está siendo representada, permitiendo que la penetración del indentador en la muestra necesite menores cargas en comparación con los modelos desgastados, ya que el único cambio realizado en las simulaciones por MEF tanto 2D como 3D, es la representación de los desgastes reportados en la Figura 33 y la Figura

35, considerando en todos los modelos las mismas propiedades mecánicas que se obtuvieron de manera experimental (ver Tabla 1).

Las consideraciones teóricas previamente descritas, proveen una herramienta para reproducir de manera analítica los comportamientos de la carga y descarga de una curva de indentación de un ciclo completo. La parte de carga de una curva de  $P-h$  puede ser representada por la ecuación exponencial 1.

Los parámetros de indentación, calculados a partir del uso de la ecuación 1 para analizar las curvas  $P-h$  experimentales y de las simulaciones por MEF desarrolladas en un régimen elástico, son mostrados en la Tabla 7.

Indentador	Carga máxima $P_{max}(\mu N)$	Relación $P-h$ $P=B'h^m$	Rigidez de contacto $S$ ( $\mu N/nm$ )	Penetración de contacto $h_c$ (nm)	Área de contacto $A_c$ ( $nm^2$ )	$E_r$ (GPa)
2D Esferocónico	1195	$3.26 h^{1.46}$	30.49	23.8	150725	69.6
3D Berkovich desgastado	1164	$3.199h^{1.465}$	30.63	23.7 – 37.7	152113	69.6
Berkovich Experimental	1151	$3.221h^{1.456}$	29.51	27.516	141192	69.63

**Tabla 7. Parámetros y propiedades del material derivadas de las simulaciones MEF 2D y 3D y del análisis de los datos experimentales de nanoindentación con comportamiento elástico para la muestra de sílice fundida.**

Mientras el exponente  $m$  varía en un rango de 2-6 dependiendo de las propiedades de los materiales [4], uno esperaría valores de  $m$  en un rango 1.4-1.5 para materiales con relaciones de  $E/H$  bajos, de acuerdo con el análisis experimental y observaciones de las simulaciones MEF mostradas en la Tabla 7. La variación de la ley de potencia, con exponentes en el rango de  $1.456 \leq m \leq 1.465$  demuestra que el indentador puede ser bien descrito como un paraboloides de revolución, geometría para cual se ha determinado que  $m = 1.5$  [4]. Sin embargo, el anterior cálculo no puede explicar el concepto de la forma efectiva del contacto real del indentador con la muestra, aun cuando cierta axisimetría deba existir en los inicios de la indentación experimental, donde se tienen áreas de contacto en las que prevalece el contacto de la muestra con la parte desgastada del indentador.

Una consecuencia inmediata de la influencia de la constante exponencial  $m$ , es la dependencia para obtener una mejor reproducción de la rigidez experimental con la

simulación 2D. Ya que al analizar los valores de las constantes  $B'$  al ajustar las curvas  $P-h$  de las simulaciones 2D y 3D, son diferentes al valor correspondiente al ajuste de la curva experimental, casi equitativamente con una misma diferencia y sin afectar considerablemente el resultado de la rigidez. En contraste, un mayor efecto se obtiene con la variación del exponente  $m$ . Sin embargo, al ser comparados con los datos experimentales, los valores de  $B'$  y  $m$  se encuentran en buena concordancia y permiten los cálculos de rigidez con desviaciones de menos de 3.8%.

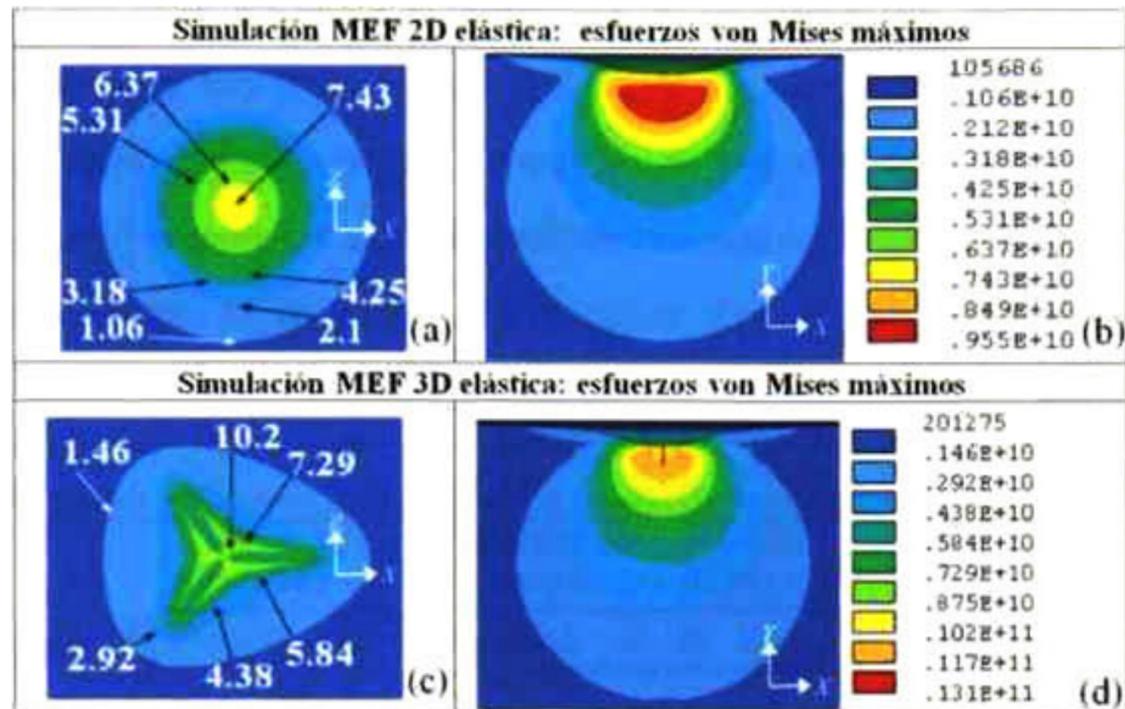
En relación a las estimaciones de las áreas de contacto  $A_c$ , la mejor aproximación se encontró con una diferencia de 6.7% mediante la simulación 2D, y de 7.7% con la 3D, respecto a los cálculos experimentales. Cabe señalar, que debido a la definición de dureza (ver ecuación 5) basada en el área de contacto durante la carga, ésta podría desviarse de la medición tradicional proveniente del área de la impresión residual si existe una significativa recuperación elástica durante la descarga. Por lo tanto, para el caso de la nanoindentación elástica sólo se considerara a la relación de la ecuación 5 como presión media de contacto a la carga máxima.

Es posible determinar un valor equivalente de profundidad de contacto,  $h_c$ , examinando el contacto en los elementos del mallado para la simulación de 2D MEF. Sin embargo, para el análisis de simulación de 3D MEF,  $h_c$  presenta un comportamiento diferente en los valores de penetración de contacto (ver Tabla 7), como consecuencia de la variación de los ángulos de la superficie de las caras de la pirámide y sus aristas con el eje  $Y$ . Por lo tanto, la profundidad de penetración se presenta como un rango de valores para el caso de la simulación 3D, lo cual será discutido con más detalle en la siguiente sección.

En el presente estudio, también es mostrado con cálculos obtenidos de simulación MEF que un indentador axisimétrico con extremidad esférica para representar el desgaste de la punta, dando la misma relación  $A_c-h_c$  que la que se obtiene con una geometría piramidal, nos permite tener un buen ajuste con los datos experimentales de las curvas  $P-h$ . Sin embargo, como se muestra a continuación mediante el análisis de los esfuerzos equivalentes de von Mises, se obtienen diferencias significativas tanto en magnitud como en la forma geométrica de las distribuciones en los campos de esfuerzos, obtenidos mediante simulaciones MEF de un modelo 2D, que de los de un modelo 3D, aun cuando en ambos se tenga la representación de desgaste.

Los correspondientes campos de esfuerzos equivalentes de von Mises, obtenidos con los modelos de indentadores desgastados, y con un comportamiento puramente elástico en

la muestra de sílice fundida, son mostrados en la superficie y por debajo de ella en la Figura 48a-b respectivamente para la simulación MEF 2D, y para la simulación MEF 3D en la Figura 48c-d. En las gráficas, son señaladas las líneas de esfuerzos con unidades de Giga Pascales, mientras que las claves de colores representan las magnitudes de los esfuerzos en Pascales.



**Figura 48. Efecto de la geometría del modelo de indentador (a-b) 2D y (c-b) 3D en los esfuerzos sufridos en la superficie y debajo de la muestra de sílice fundida a la carga máxima de nanoindentación dentro del rango elástico.**

En el presente estudio, los campos de esfuerzos elásticos alrededor y por debajo de la huella de indentación fueron investigados. La magnitud de los esfuerzos von Mises máximos se muestran con una variación de punto a punto de forma similar por debajo de la superficie indentada, independientemente del tipo de geometría utilizada en la simulación. Se alcanzó un valor crítico directamente debajo del centro de las indentaciones, a una distancia de alrededor de la mitad de los radios de contacto ( $\alpha=207\text{nm}$  para la simulación por MEF 2D y  $\alpha=224\text{nm}$  para la simulación por MEF 3D). Sin embargo, los campos de esfuerzos en la superficie y apenas por debajo de ella muestran diferencias tanto de magnitud como de forma de distribución, al comparar los resultados de la simulación 2D con los obtenidos con la 3D. Las diferencias obtenidas entre ambas simulaciones, indudablemente es debido a las diferencias geométricas de los modelos de las puntas, considerando que las mismas propiedades mecánicas fueron empleadas en ambas simulaciones. Entonces, es de esperarse que la simulación por MEF 2D alcance el esfuerzo de cedencia a una carga mayor que la que se necesita al usar un modelo 3D. Lo anterior, nos permitió predecir mejor con el modelo 3D los

campos de deformación que ocurren en la experimentación real, como se comprobará más adelante en el siguiente análisis.

### 3.1.2.2 Nanoindentación elastoplástica

Como se mencionó anteriormente, para la determinación del límite elástico se siguieron dos distintos métodos. En primer lugar, utilizando la ecuación 37 la cual conduce a un valor de esfuerzo de cedencia de  $\sigma_y = 6\text{GPa}$ . El esfuerzo en el que se produce el inicio de la cedencia experimental también se determinó mediante el análisis de las curvas experimentales  $P-h$ , en conjunto con su transformación a la forma esfuerzo-deformación de indentación,  $P_m-a/R$ . El punto de cedencia elastoplástica se identificó por un ajuste lineal del régimen elástico como se muestra en la Figura 49.

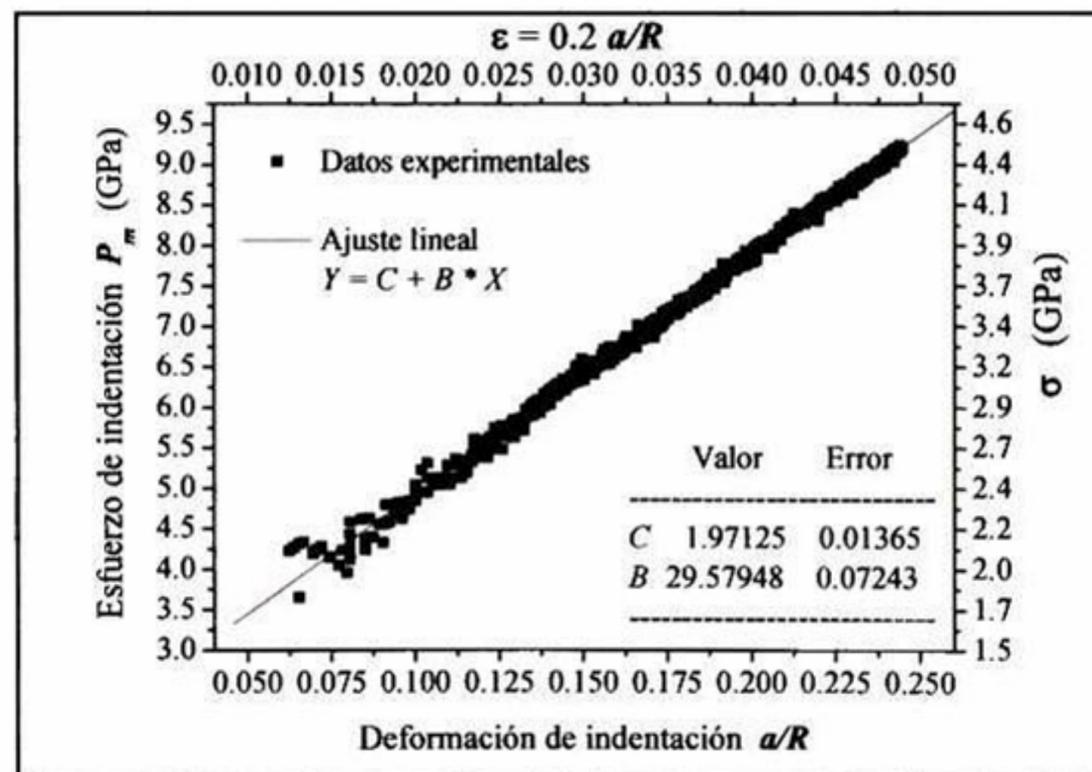
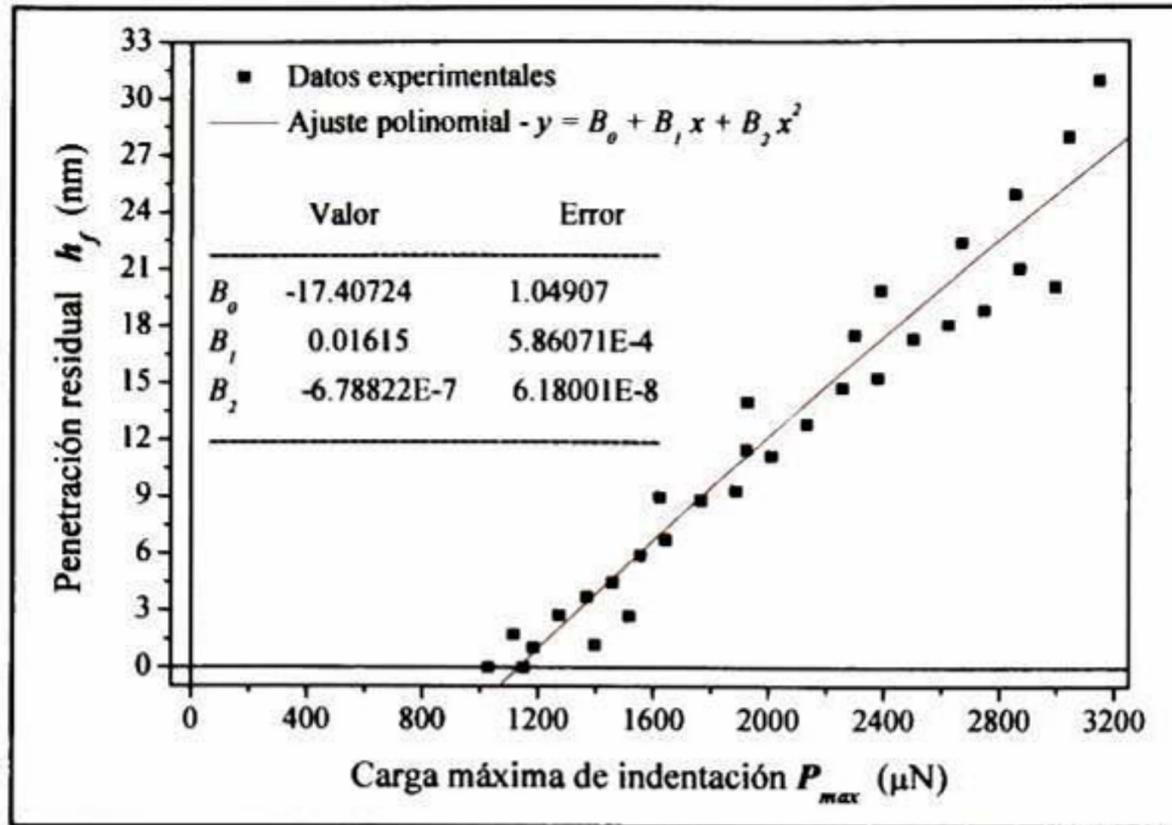


Figura 49. Ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  experimental para la última indentación con comportamiento elástico.

La transición elastoplástica en la curva  $P_m-a/R$ , es confirmada con la aparición de una penetración residual diferente a cero representando el comienzo de la plasticidad. La transición al comportamiento elastoplástico también fue validado por la observación de una penetración residual,  $h_f$ , diferente a cero en las curvas  $P-h$ .



**Figura 50. Ajuste polinomial de la curva  $P_{max}-h_f$  de las indentaciones experimentales con comportamiento elastoplástico.**

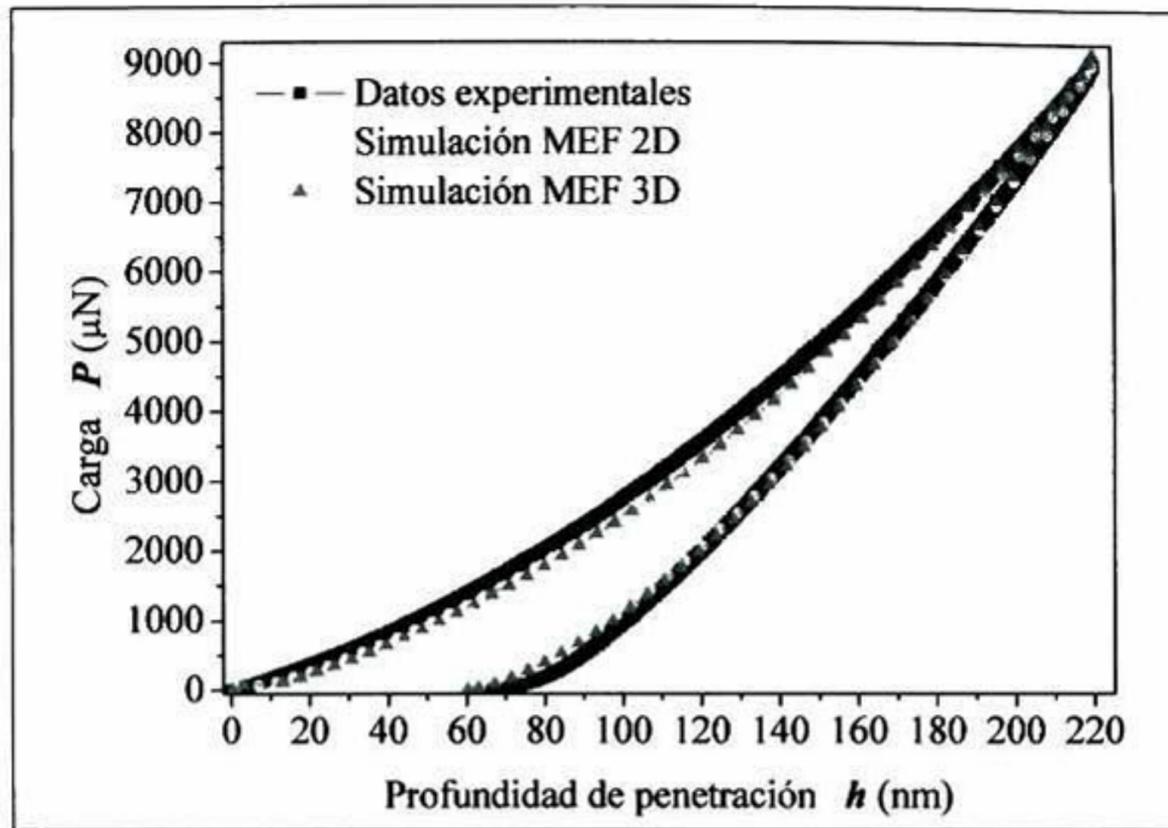
Como resultado, el límite de elasticidad de la sílice fundida fue calculado de  $\sigma_y=4.488\text{GPa}$ , la cual se produjo al aplicar una carga de  $1132\mu\text{N}$ . Valor que fue encontrado por la extrapolación de los resultados de la profundidad final  $h_f=0$ , frente a la máxima carga  $P_{max}$ , como se observa en la Figura 50. Los valores encontrados por ambos métodos, se reportan en la Tabla 8

Material	$\sigma_y$ , Esfuerzo de Cedencia (GPa)	
	Sílice fundida	$P_m \cdot a/R$ 4.49±0.13

**Tabla 8. Propiedades elastoplásticas experimentales para el material de referencia.**

Para estudiar el comportamiento elastoplástico de la muestra, se realizó una indentación con el nanoindentador Berkovich (BK2), por encima de los esfuerzos que generan cedencia del material a una carga máxima de  $8986\mu\text{N}$ , obteniendo una penetración máxima y residual de  $220.5\text{nm}$  y  $66\text{nm}$ , respectivamente. De la misma forma, se realizó una comparación entre los resultados de la simulación MEF usando ambos modelos con desgaste, con geometría esferocónica para el 2D y piramidal para el 3D (Anexo 3 y Anexo 4, respectivamente), y utilizando los datos experimentales mostrados en la Tabla 10. Como puede observarse en la Figura 51, se obtuvieron buenas aproximaciones entre las curvas  $P-h$  experimentales y de las simulaciones MEF, tanto para la parte

correspondiente a la carga como para la de descarga. Para el caso elastoplástico, se obtuvieron diferencias en las cargas máximas aplicadas del 0.01% para el modelo 2D, y del 1.75% para el 3D respecto al valor experimental.



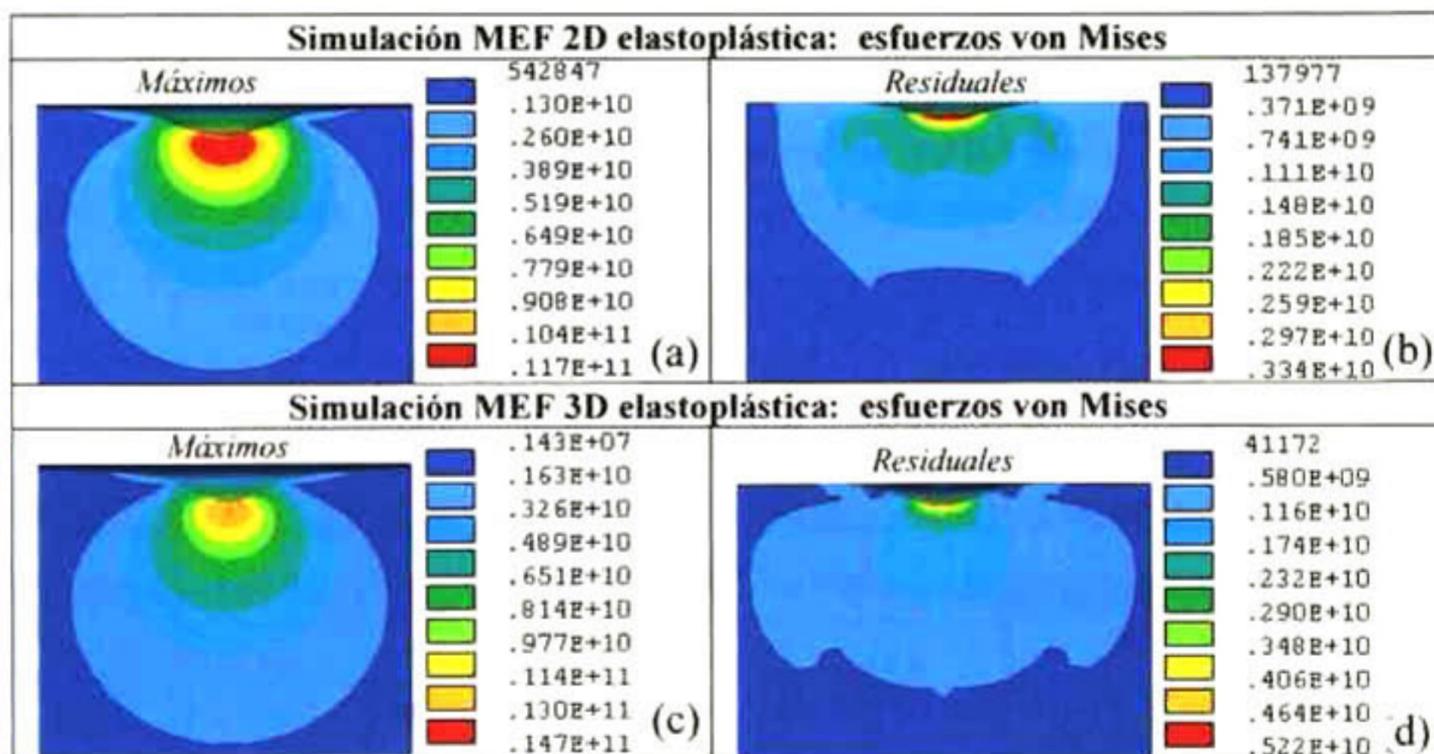
**Figura 51. Comparación de las nanoindentaciones en sílice fundida con comportamiento elastoplástico de las simulaciones MEF 2D y 3D utilizando los modelos de la punta Berkovich (BK2) desgastada, con los datos experimentales.**

La parte de la descarga de una curva  $P-h$  con comportamiento elastoplástico, puede ser reproducida analíticamente por la ecuación 6, con una variación de la ecuación 1. Aplicando el mismo procedimiento previamente usado para el caso de los resultados de la nanoindentación elástica, fueron analizados los datos de la nanoindentación en sílice fundida con comportamiento elastoplástico, y los respectivos resultados se reportan en la Tabla 9. De manera similar al estudio de la nanoindentación con comportamiento elástico, los valores de  $B'$  y  $m$  se encuentran en buena concordancia en comparación con los datos experimentales, permitiendo los cálculos de rigidez con desviaciones del 2% para el caso de la simulación 3D, y del 1.5% para la simulación 2D. Las diferencias obtenidas en los anteriores cálculos, se ven reflejadas en las estimaciones de las áreas de contacto, donde la mejor aproximación se encontró con una diferencia del 3% mediante la simulación 2D y del 4% con la 3D, respecto a los cálculos experimentales.

Indentador	Carga máxima $P_{max}$ ( $\mu\text{N}$ )	Penetración residual $h_r$ (nm)	Relación $P-h$ $P=B'(h-h_0)^n$	Rigidez de contacto ( $\mu\text{N}/\text{nm}$ )	Profundidad de contacto $h_c$ (nm)	Área de contacto $A_c$ ( $\text{nm}^2$ )	$E_r$ (GPa)
2D Esferocónico	8987	60	13.41 $(h-h_0)^{1.298}$	77 2463	143	967446	69.6
3D Berkovich desgastado	9144	60.4	13 253 $(h-h_0)^{1.307}$	80.07	117 - 174	1039470	69.6
Berkovich Experimental	8986	66	13.982 $(h-h_0)^{1.294}$	78.49	136	998850	69.55

**Tabla 9. Parámetros y propiedades del material derivadas de las simulaciones MEF 2D y 3D y del análisis de los datos experimentales de las nanoindentaciones con comportamiento elastoplástico para la muestras de sílice fundida.**

Los correspondientes campos de esfuerzos equivalentes de von Mises por debajo de la superficie, obtenidos con modelos de indentadores desgastados puestos en contacto con la sílice fundida con comportamiento elastoplástico, son mostrados a la carga máxima y después de la descarga en Figura 52a-b para la simulación MEF 2D, y para la simulación MEF 3D en la Figura 52c-d, respectivamente. En las gráficas, las claves de colores representan las magnitudes de los esfuerzos en Pascales.



**Figura 52. Efecto de la geometría del modelo de indentador (a-b) 2D y (c-d) 3D en los esfuerzos sufridos en la superficie y debajo de la muestra de sílice fundida dentro del rango elastoplástico.**

Los campos de esfuerzos elastoplásticos debajo de la zona de indentación fueron analizados. Como se presentó para el caso elástico, la forma de distribución de los esfuerzos von Mises máximos presentaron una variación similar por debajo de la superficie indentada, independientemente del tipo de geometría utilizada en la simulación. Los esfuerzos alcanzaron un valor crítico directamente debajo del centro de las indentaciones, a una distancia de alrededor de la mitad de los radios de contacto para

ambos casos. Sin embargo, para el caso de los campos de esfuerzos residuales tanto en la superficie como por debajo de ella, mostraron notables diferencias tanto de magnitud como de forma de distribución, al comparar los resultados de la simulación 2D con los obtenidos con la 3D. El efecto obtenido es atribuido a que para materiales con un valor bajo en la relación  $E/H$ , tal es el caso para la sílice fundida, la zona plástica es típicamente contenida dentro del límite de la zona de contacto. Mientras que las deformaciones que definen el volumen de la indentación están hasta una distancia vertical aproximadamente tres veces mayor que la penetración máxima alcanzada,  $h_{max}$ , y la mayor parte del volumen deformado presentó esfuerzos que se recuperaron una vez removida la carga. Por lo tanto, los esfuerzos residuales están altamente influenciados por las deformaciones de la superficie, donde la geometría de la parte de la punta en contacto con la muestra durante el proceso de indentación juega un papel importante para definir la forma de la huella generada.

Los esfuerzos de cedencia estimados, según lo obtenido mediante el estudio de la distribución de esfuerzos de las simulaciones con los modelos MEF 2D y 3D, a través del análisis de los esfuerzos cortantes máximos a la carga de indentación de 1132 $\mu$ N, utilizando el criterio de von Mises, se reportan en la Tabla 10.

	$\sigma_y$ , Esfuerzo de cedencia (GPa)		$E_T$ , Módulo tangente (GPa)	
	$P_m-a/R$	Marsh		
Experimental	4.49 $\pm$ 0.13	6.00 $\pm$ 1		
Simulación 2D MEF	$\sigma_y = \tau_{max}/0.58$		$\sigma_y = 4.49$	$\sigma_y = 6$
	4.73	4.97	30	13
Simulación 3D MEF	4.64	4.63	30	13

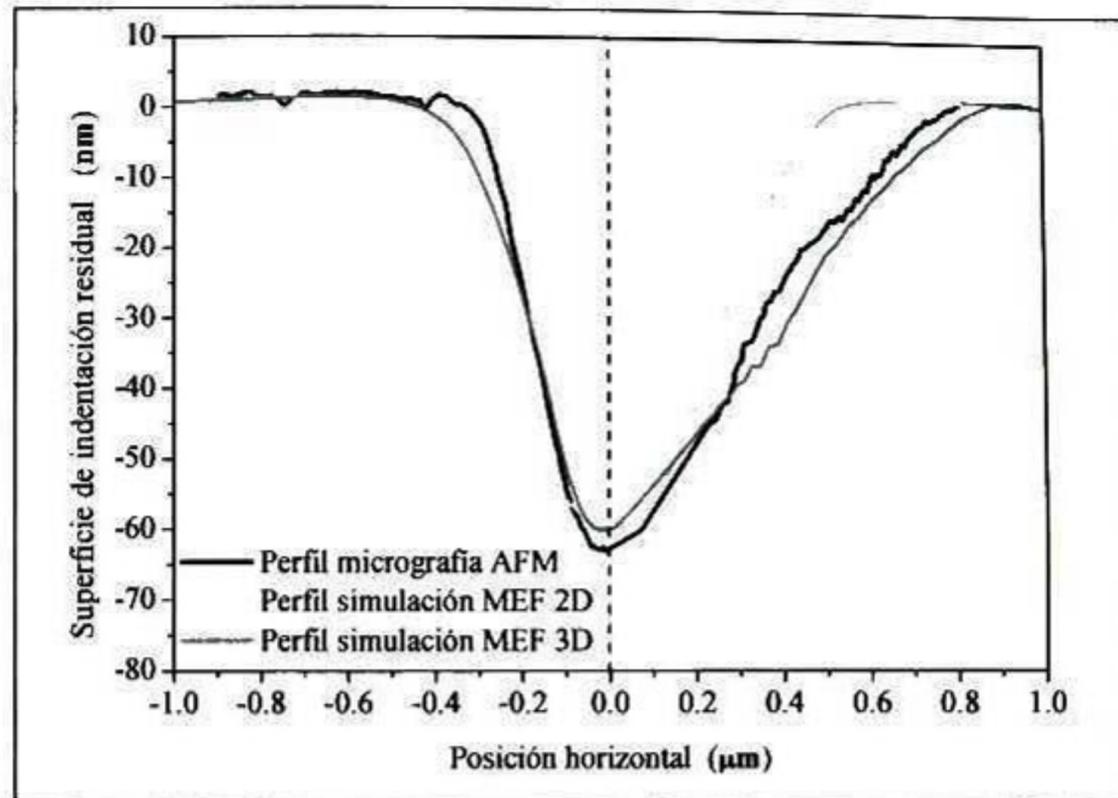
**Tabla 10. Análisis de los valores de esfuerzos durante la transición del comportamiento elástico al elastoplástico en las simulaciones MEF.**

En el análisis de esfuerzos, claramente se puede observar la correlación que existe entre el valor calculado de  $\sigma_y = 4.49$  GPa mediante la transformación de los datos experimentales  $P-h$  a la forma  $P_m-a/R$ , y el obtenido en las simulaciones MEF, incluso cuando en las simulaciones se hace uso del valor de  $\sigma_y = 6$  GPa, el cual fué obtenido a través del cálculo analítico propuesto por Marsh. Para el caso de la simulación 2D, se

predijo un esfuerzo de cedencia con una desviación de 5.34%, mientras que para el caso 3D la desviación fue de 3.34%, respecto al valor de  $\sigma_y$  calculado mediante el análisis de la curva experimental  $P_m-a/R$ .

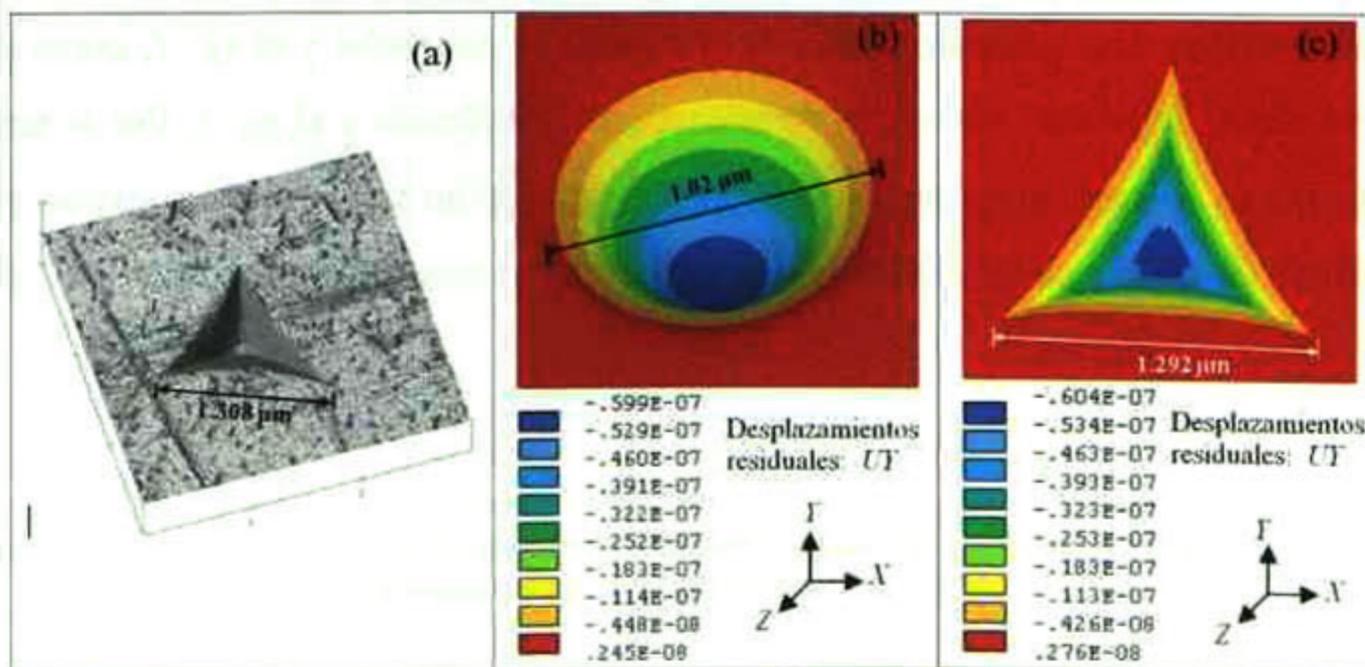
### 3.1.3 Perfilometría experimental y de simulación MEF

El perfil de superficie de indentación sobre sílice fundida fue medido por AFM usando el modo de contacto, y es mostrado en la Figura 53. En donde también se muestran los perfiles obtenidos mediante simulación MEF utilizando los modelos 2D y 3D, para ser comparados con los datos experimentales. Los perfiles de superficie de sílice fundida, tanto los obtenidos por simulación por MEF como los resultados experimentales, no presentan efectos de apilamiento de material o estiramiento. El resultado obtenido no es inesperado, por lo cual la sílice fundida es utilizada preferentemente como muestra de referencia para la calibración de la función de área de contacto y el radio de punta de penetración. El perfil obtenido de la simulación MEF 3D (línea gris oscura), presentó una muy buena aproximación al coincidir de manera más educada con el perfil de la superficie de indentación experimental (línea negra). Mientras que el correspondiente perfil de la superficie de la simulación MEF 2D (línea gris tenue) presentó desviaciones respecto a las paredes del indentador al compararlo con el perfil experimental. La desviación encontrada es atribuible a las condiciones no-axisimétricas del indentador piramidal. Para el caso del modelo esferocónico, el ángulo de apertura semivertical es una combinación de los ángulos tanto de la superficie piramidal y el eje  $Y$ , como el que se forma desde alguna de las aristas de la caras de la pirámide y el eje  $Y$ . Por lo tanto, el modelo 2D es solamente un aproximación gruesa, que en su definición apenas podría representar de forma no tan adecuada el perfil experimental solamente en uno de sus lados.



**Figura 53. Comparación de la medición por AFM en modo contacto del perfil de la huella de indentación experimental Berkovich con los perfiles de indentación obtenidos por MEF.**

Finalmente, se midió el tamaño de la huella residual de indentación, cuya imagen fue obtenida experimentalmente por AFM en el modo de contacto, la micrografía se muestra en la Figura 54a. La huella experimental se comparó contra las obtenidas en las simulaciones MEF 2D y 3D, ver Figura 54b y c respectivamente, donde los contornos de desplazamientos residuales en la dirección vertical  $UY$  se señalan con magnitudes en escala nanométrica, mientras que las claves de colores representan las magnitudes de deformación en metros.



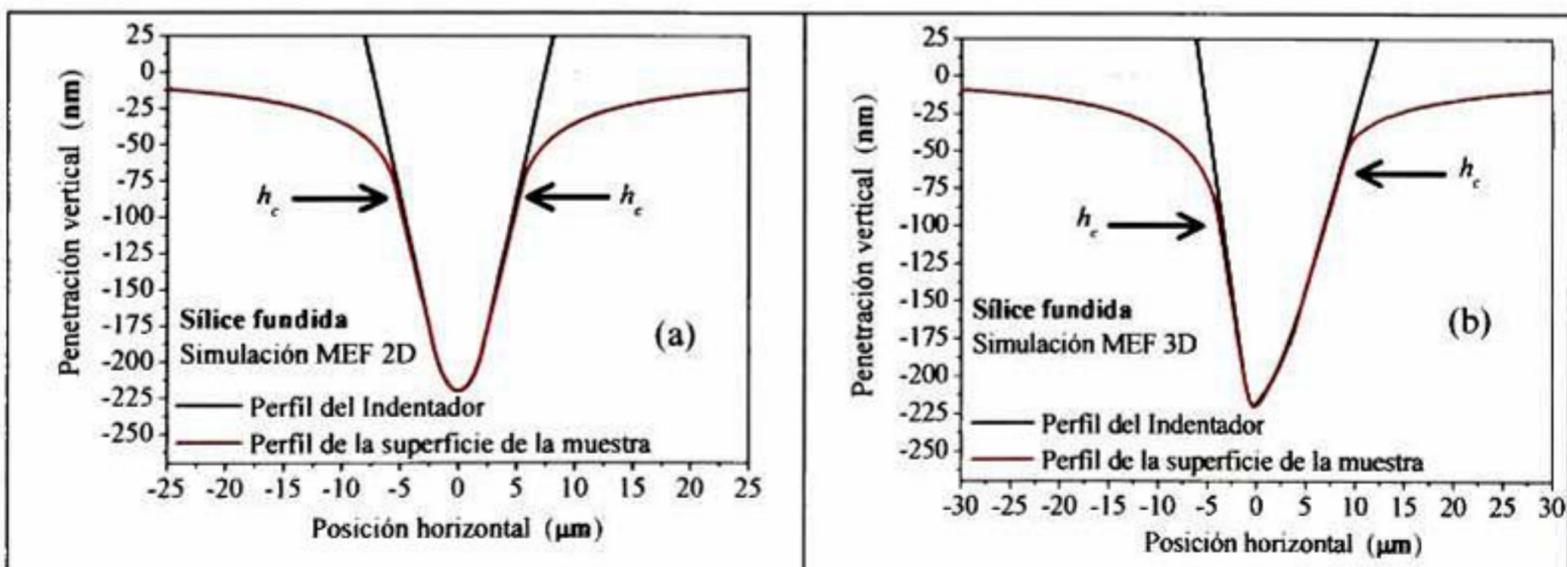
**Figura 54. Comparación de la medición por AFM en modo contacto de (a) la huella de indentación experimental Berkovich con las huellas obtenidas por las simulaciones MEF (b) 2D y (c) 3D.**

Haciendo una comparación de la medida realizada en uno de los lados de la huella experimental Figura 54a, con las respectivas medidas de las huellas obtenidas mediante las simulaciones MEF, se hace evidente que se tiene una muy buena predicción del

tamaño de la huella experimental cuando se utiliza en la simulación el modelo piramidal considerando el desgaste natural de la punta, con una diferencia entre ambas de tan sólo 1.22%. Mientras que para el caso del modelo axisimétrico, no es posible hacer una comparación equivalente con la medida de la huella experimental.

En resumen, las deformaciones y sus respectivas distribuciones de campos de esfuerzos, generados sobre y por debajo de la superficie del material a las cargas máximas, inducidas por el uso de una geometría esferocónica, muestran diferentes valores respecto a los que son generados mediante el uso de un modelo con una geometría piramidal desgastada. Lo que indica que, aun cuando se tiene una buena reproducción de las curvas  $P-h$  con el modelo axisimétrico, se puede conducir a una mala interpretación de los datos generados con modelos con geometrías ideales, al tratar de representar mediante simulaciones 2D el proceso de nanoindentación piramidal.

Finalmente, como se mencionó anteriormente, es posible obtener un valor equivalente de profundidad de contacto,  $h_c$ , al obtenido experimentalmente mediante el M-O&P, examinando el contacto en los elementos del mallado para la simulación MEF 2D como se observa en la Figura 55a. Sin embargo, para el análisis de la simulación MEF 3D,  $h_c$  presenta un comportamiento diferente en los valores de penetración de contacto (ver Tabla 9), a consecuencia de la variación de los ángulos de la superficie de la cara piramidal y el eje  $Y$ , así como el ángulo semivertical entre una de las aristas de la pirámide y el eje  $Y$ , tal y como se indica en la Figura 55b. Por lo tanto, la profundidad de penetración en contacto se presenta como un rango de valores para el caso de la simulación 3D.



**Figura 55. Análisis de perfiles de las superficies de las muestras (líneas rojas) y de los indentadores (líneas negras) de las simulaciones de la nanoindentación Berkovich en sílice fundida al desplazamiento máximo experimental 220.5nm para el modelo: (a) 2D MEF y (b) 3D MEF.**

### **3.1.4 Conclusiones preliminares**

La simulación por MEF fue empleada para modelar el proceso de contacto durante la prueba de nanoindentación en un material de referencia. La aproximación entre los resultados de la simulación numérica y los datos experimentales fueron satisfactorios.

Debe ser mencionado que, aunque el método desarrollado aquí es una extensión útil de análisis previos de simulaciones en 2D y 3D [10,13,16-25] que ayudan explicar las influencias potencialmente importantes de la forma de la punta del indentador, al respecto, el presente trabajo propone dos factores adicionales que son importantes a considerar:

Primero, los análisis con representaciones geométricas 2D de un indentador Berkovich no consideran en el contacto, el efecto de las aristas entre las caras del indentador y las muestras, y aun cuando la geometría piramidal empieza a ser considerado mediante modelos geométricos 3D, el efecto de su desgaste natural aun no ha sido adicionado en forma satisfactoria. La forma geométrica de desgaste del indentador, indudablemente tiene una significativa influencia en la naturaleza de la concentración de los campos de esfuerzos, aun para penetraciones pequeñas. Como evidencian los resultados de las simulaciones de los modelos 3D piramidales en el régimen elástico, que aun cuando se tienen profundidades de penetración pequeñas, las geometrías de las deformaciones son triangulares.

La comparación de los resultados de las simulaciones MEF 2D y 3D, presentan diferencias de exactitud en el análisis sobre la respuesta de las muestras, debido a las diferentes configuraciones geométricas. Los resultados obtenidos indican que, aunque las simulaciones MEF 3D del proceso de nanoindentación cuando se usa una punta piramidal requerirán una malla densa en el modelo, haciendo las simulaciones computacionalmente intensivas en tiempo, se puede obtener una valiosa información sobre la forma de respuesta de la muestra en cada parte del proceso. Y por lo tanto, el modelo 3D requerirá de la información obtenida de una caracterización apropiada de la forma del desgaste de la punta y sus aristas, para tener una representación más realista. Y si la geometría real del desgaste del indentador no es considerado, las curvas  $P-h$  de la simulación tendrá problemas de ajuste con las provenientes de los datos experimentales, al igual que las respectivas deformaciones obtenidas.

Segundo, los cálculos por simulación MEF fueron llevados a cabo para simular los procesos de carga y descarga de la prueba de nanoindentación con diferentes estados de

esfuerzos en modelos 2D y 3D, usando condiciones de transición elastoplásticas (esfuerzo de cedencia) obtenidas mediante el modelo descrito por Marsh, y el descrito en el presente trabajo mediante el análisis de las curvas  $P_m-a/R$ . Como resultado, la mejor aproximación a los datos experimentales fue conseguido con las simulaciones MEF, utilizando en el modelo 3D el valor del esfuerzo de cedencia obtenido con el análisis de las curvas  $P_m-a/R$ . Entonces, se concluye que con la simulación propuesta en el presente estudio, se obtiene una mejor descripción del proceso experimental.

### 3.2 Nanoindentación Berkovich (BK1) y esferocónica en cerámicos base zirconia

Pruebas de nanoindentación en el sistema Ubi-1 Nanomechanical Test Instrument Hysitron®, fueron realizadas con un indentador tipo Berkovich (BK1) y un indentador esferocónico (CON3), ambos de diamante, usando ciclos de indentación de carga bajo un modo de “Control de Carga” que mantiene continuos ambos ciclos de carga y descarga, durando un experimento un tiempo total de 20 segundos.

#### 3.2.1 Caracterización y calibración del indentador

##### 3.2.1.1 Método convencional por nanoindentación

Mediante la determinación correcta de las geometrías de los nanoindentadores, centrándose principalmente en el radio de punta, además de la complianza y la función de área, fue calibrando el sistema de nanoindentación Hysitron, con el material de referencia de sílice fundida. La función de área para la punta piramidal Berkovich (BK1), se calculó con indentaciones en el rango de profundidades de penetración de 0-80nm, y utilizando el mismo procedimiento de ajuste de curvas estándar, considerando para la función la forma polinómica:

$$A_c(h_c) \approx C_0 h_{ci}^2 + C_1 h_{ci} + C_2 h_{ci}^{1/2} + C_3 h_{ci}^{1/4} + C_4 h_{ci}^{1/8} + C_5 h_{ci}^{1/16} \quad 101$$

obteniéndose para las constantes valores de:

$$C_0=24.5, \quad C_1=10157.273037, \quad C_2=-184447.882212, \quad C_3=763400.856911, \\ C_4= -615799.244482 \text{ y } C_5=0 \text{ (} h_{ci} \text{ en nm)}.$$

Se determinó un valor de  $R=828.76\pm 3\text{nm}$  para el radio de la punta Berkovich (BK1) mediante el ajuste no lineal de cuarenta indentaciones realizadas en las cargas máximas de  $P_{max}=100\mu\text{N}$  a  $P_{max}=1695\mu\text{N}$ . Suponiendo condiciones geométricas de un contacto esférico para cada indentación a bajas profundidades de penetración, el área de contacto,  $A_c$ , fue ajustada utilizando la ecuación 100 (ver Figura 56).

Para el caso de las nanoindentaciones esferocónicas, la función de área se determinó con indentaciones en el rango de profundidades de penetración de 0-63nm, donde las constantes del polinomio resultaron con los siguientes valores:

$C_0=3.1416$ ,  $C_1=173844.809479$ ,  $C_2=-3908410.973827$ ,  $C_3=10325617.864142$ ,  $C_4=7488428.798042$  y  $C_5=-15165495.282295$  ( $h_{ci}$  en nm).

Y se determinó un valor de  $R=3338\pm 11$ nm para el radio de la punta esferocónica, mediante el ajuste no lineal de veintisiete indentaciones realizadas entre las cargas máximas de  $P_{max}=201254\mu\text{N}$  a  $P_{max}=696857\mu\text{N}$ , como se muestra en la Figura 56.

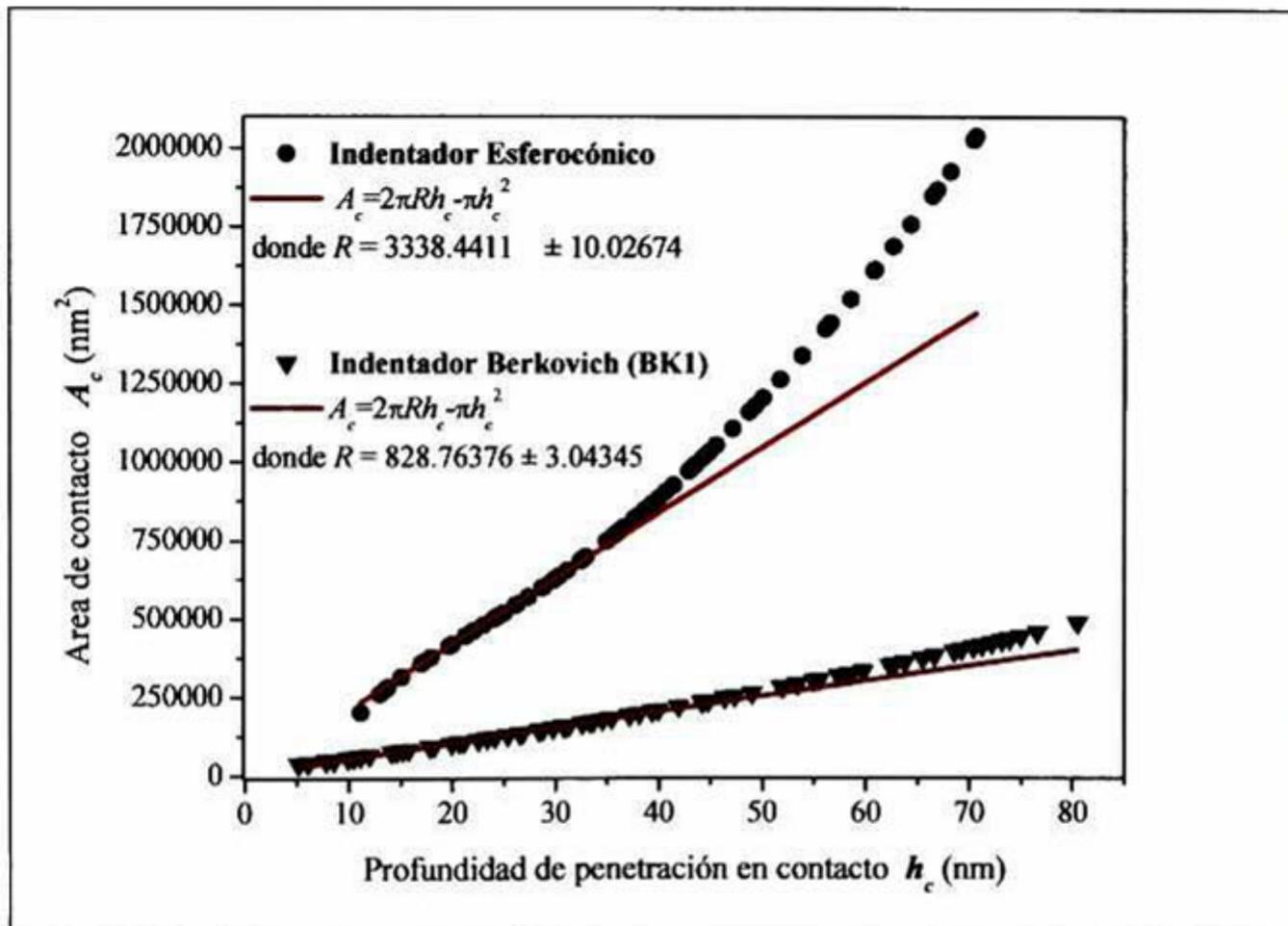
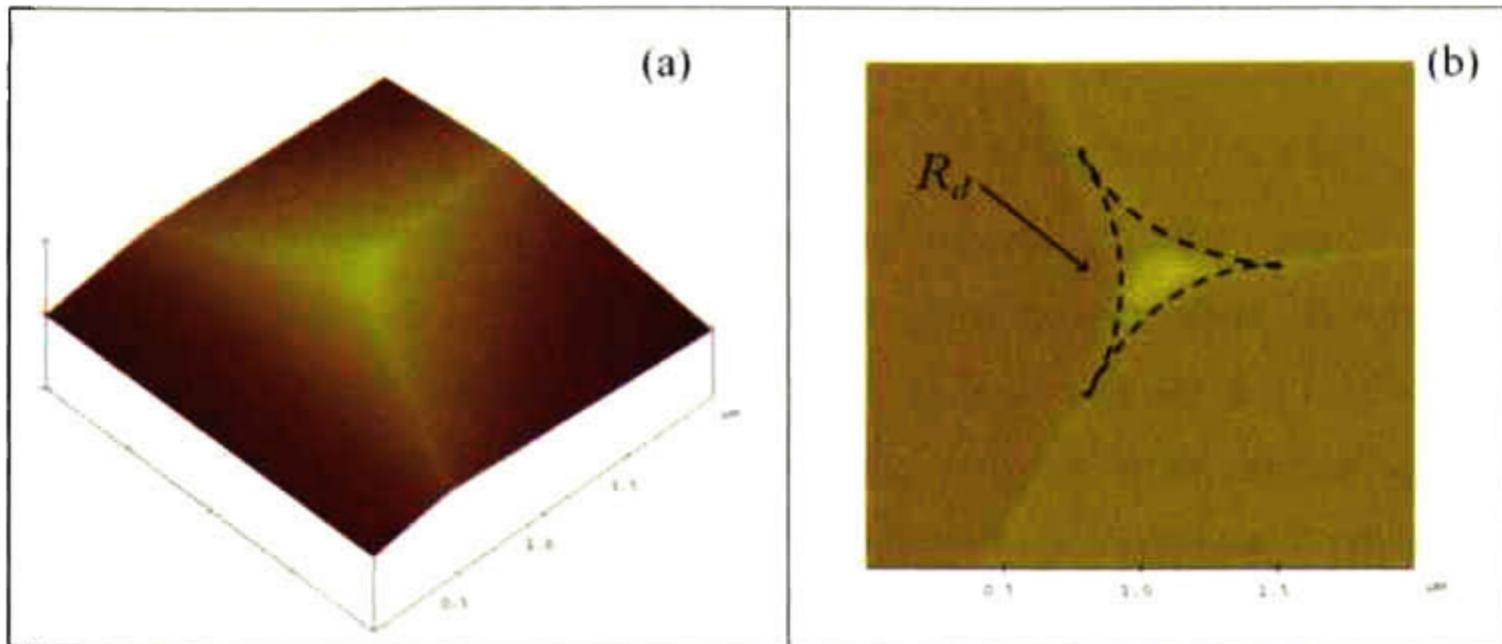


Figura 56. Funciones de área de contacto experimentales para los indentadores Esferocónico y Berkovich (BK1) (puntos y triángulos respectivamente), comparada con los ajustes analíticos a bajas penetraciones usando la ecuación 100 (líneas roja y magenta respectivamente).

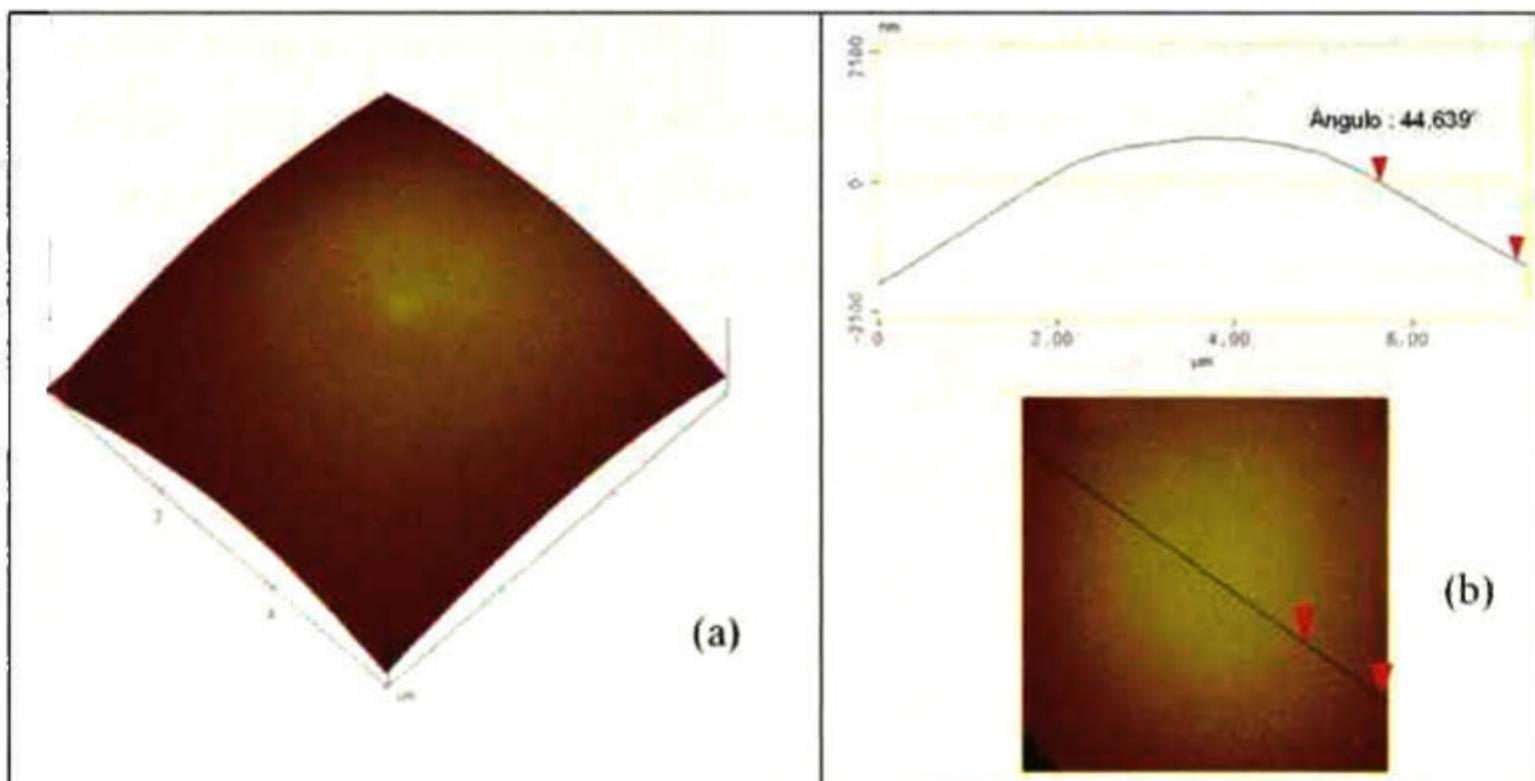
### 3.2.1.2 Análisis de micrografías AFM

Las micrografías con vistas isométrica y superior del indentador Berkovich (BK1) mostradas en la Figura 57a y b, respectivamente, fueron obtenidas mediante AFM en modo de contacto. Las imágenes, con un tamaño de escaneo de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ , muestran claramente el desgaste del indentador debido al proceso normal de su uso, presentando un redondeo adicional en las aristas del indentador, por lo que una vez más, como en el caso del indentador Berkovich (BK2), su desgaste fue representado geoméricamente mediante redondeos entre las aristas por el parámetro denominado “radio de desgaste”,  $R_d$ . Sin embargo, en el indentador BK1 se presentó un desgaste más pronunciado en las aristas.



**Figura 57. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Berkovich (BK1).**

Del mismo modo, se realizaron micrografías del indentador esferocónico obtenidas mediante AFM en modo de contacto, como lo muestra la Figura 57a y b, con vistas isométrica y superior, respectivamente, junto con el análisis de la sección transversal de la punta. Las imágenes obtenidas, con un tamaño de escaneo de  $6\mu\text{m} \times 6\mu\text{m}$ , muestran la evolución del radio de curvatura del indentador hasta llegar a la parte con geometría cónica, por lo que la parte inicial de la punta fue representada en los modelos MEF como un paraboloide variando el radio de curvatura del indentador.



**Figura 58. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta esferocónica, y el análisis de sección transversal.**

### 3.2.2 Caracterización morfológica de las muestras cerámicas base zirconia

#### 3.2.2.1 Análisis de micrografías AFM

Las muestras cerámicas fueron pulidas con una suspensión de sílice coloidal (MastermetII, Buehler) para evitar los efectos topográficos durante cada una de las pruebas a las que fueron sometidas. Las muestras se caracterizaron antes y después de los experimentos de indentación por AFM, utilizando puntas (su nombre en inglés “cantilevers”) estándar en el modo de contacto para obtener la topografía de la microestructura. El tamaño de grano se determinó mediante análisis de imágenes de las micrografías de AFM con el programa NanoScope (R) III (Versión 5.30r3sr3). En la Figura 59a, Figura 60a y Figura 61a, se muestran las micrografías de las topografías de las muestras cerámicas 7YSZ, 16YTaSZ y 25Y7TaSZ, respectivamente, para la determinación de los tamaños de granos de sus estructuras. Las imágenes obtenidas, exponen claramente la variación del tamaño de los granos entre las muestras con fase tetragonal ( $t'$ ), y una gran similitud entre la muestra 7YSZ y la muestra con fase cúbica 25Y7TaSZ. Los cálculos de tamaños de granos se llevaron a cabo mediante el análisis estadístico de distribución acumulativa. Para el análisis de la muestra 7YSZ, con una imagen de tamaño de escaneo de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  (ver Figura 59a), se encontró un tamaño de grano promedio de 138nm, teniendo un 10% de los granos tamaños mayores a 196nm, y un 10% de los granos tamaños menores a 96nm, y una distribución balanceada entre la cantidad de granos pequeños y grandes como lo indica la forma característica de “s” del análisis estadístico, como se observa en la Figura 59b.

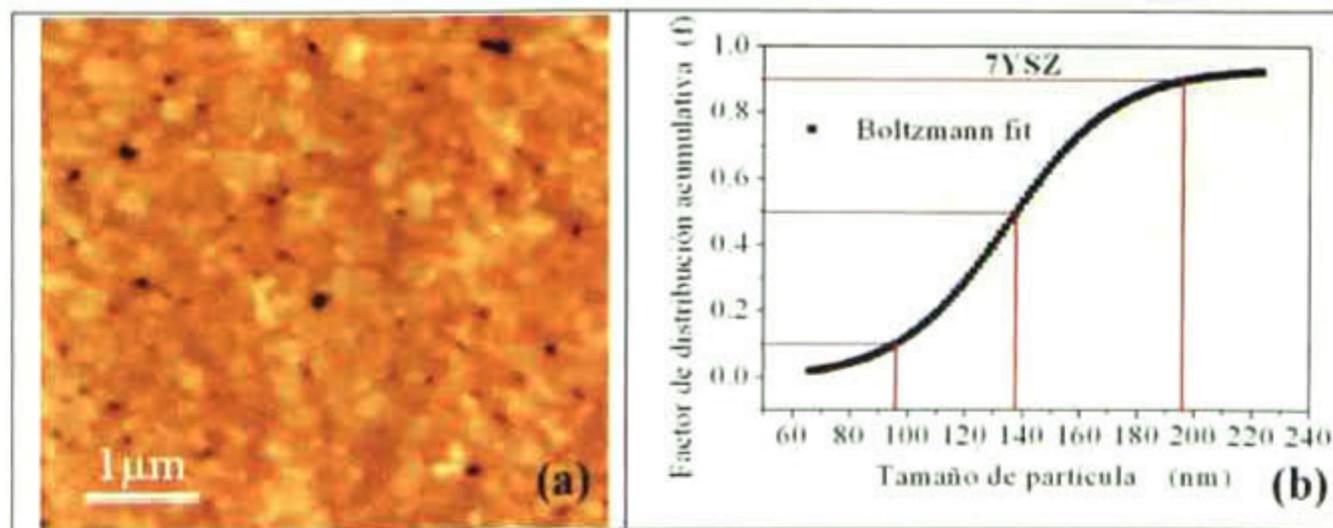
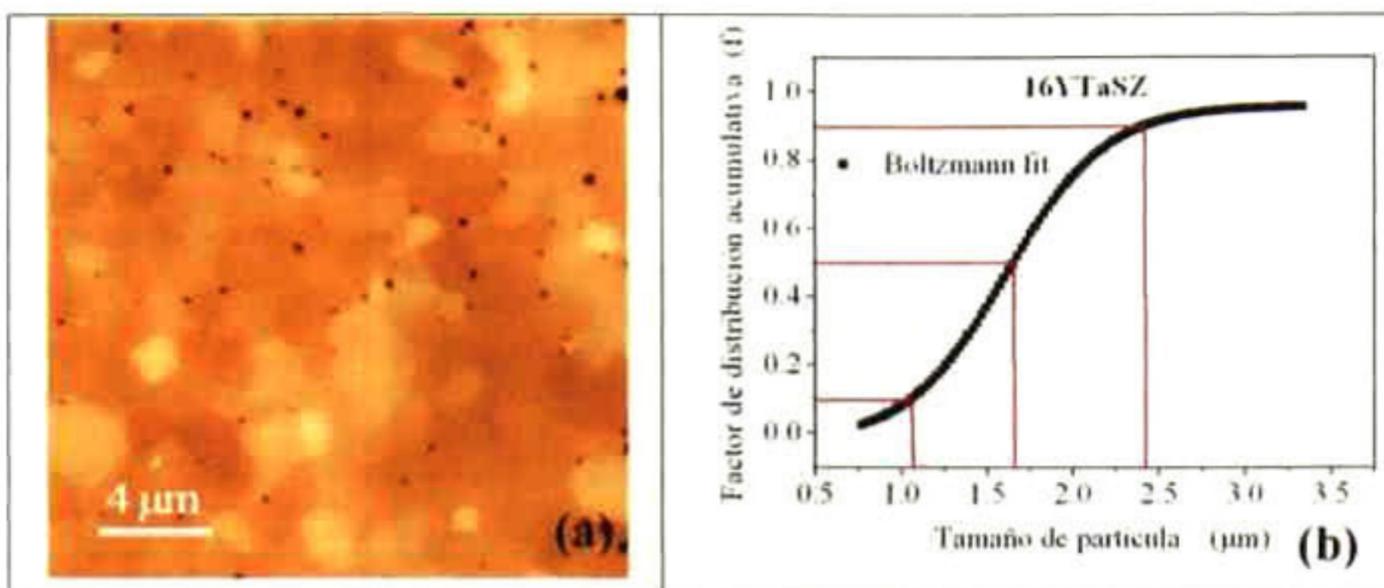


Figura 59. Imágenes de AFM de muestra 7YSZ: a) vista superior de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.

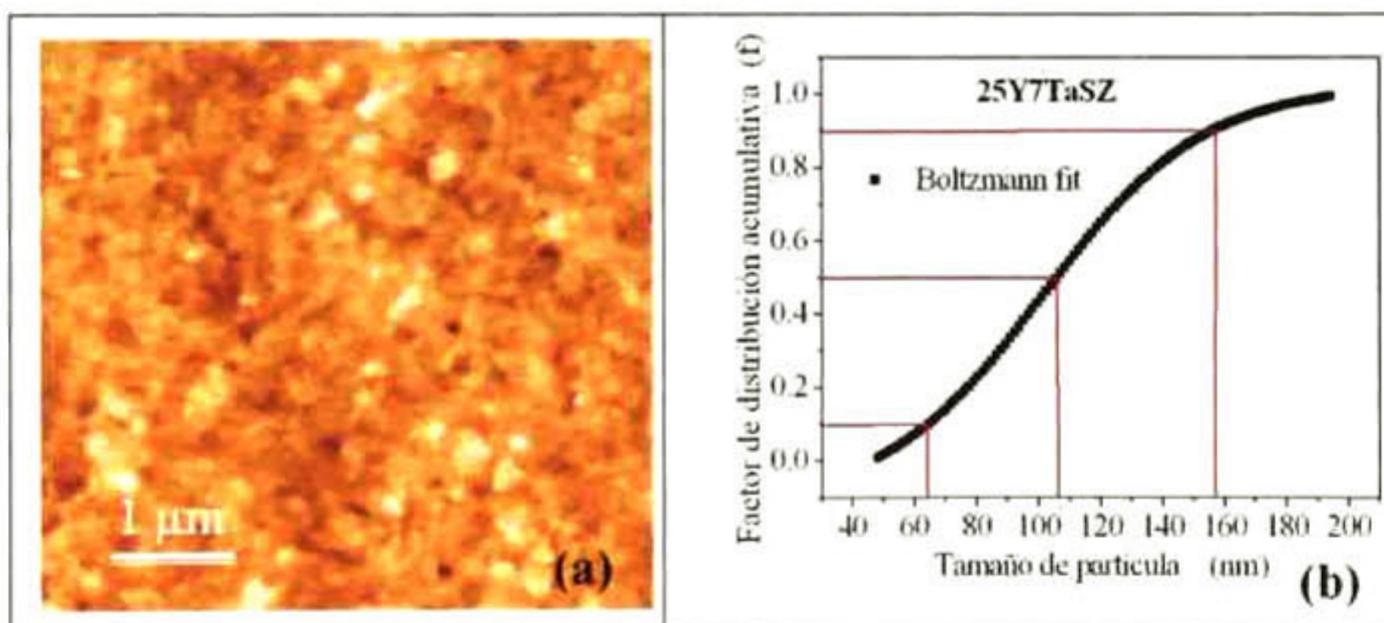
En el análisis de la muestra 16YTaSZ, con una imagen de tamaño de escaneo de  $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  (ver Figura 60a), se encontró un tamaño de grano promedio de  $1.63\mu\text{m}$ , y una

distribución balanceada entre la cantidad de granos pequeños y grandes, inclinándose un poco hacia los granos grandes siendo el 10% mayores a  $2.4\mu\text{m}$ .



**Figura 60. Imágenes de AFM de muestra 16YTaSZ: a) vista superior de  $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$  y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.**

Para la muestra 25Y7TaSZ, con una imagen de tamaño de escaneo de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  (ver Figura 61a), se encontró en su análisis un tamaño de grano promedio de  $108\text{nm}$  y una distribución balanceada. Como se puede observar en la Figura 61b, los granos van desde tamaños pequeños de  $65\text{nm}$  hasta tamaños grandes de  $158\text{nm}$ , similar a lo que se observo en el análisis de la muestra de 7YSZ.



**Figura 61. Imágenes de AFM de muestra 25Y7TaSZ: a) vista superior de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  y b) análisis de tamaño de partícula por distribución acumulativa.**

La rugosidad media de las muestras fue de  $1.7\text{nm}$ . Adicionalmente, mediante el análisis de la sección transversal de la superficie del material cerámico 16YTaSZ, mostrado en la Figura 62, se observo que los granos cuentan con diferentes alturas, donde los más altos tienen una distancia vertical de  $12.6\text{nm} \pm 2.2\text{nm}$ , y los medios de  $6\text{nm} \pm 1.2\text{nm}$  respecto a los granos más bajos, considerando a los granos bajos como la superficie inicial del material cerámico.

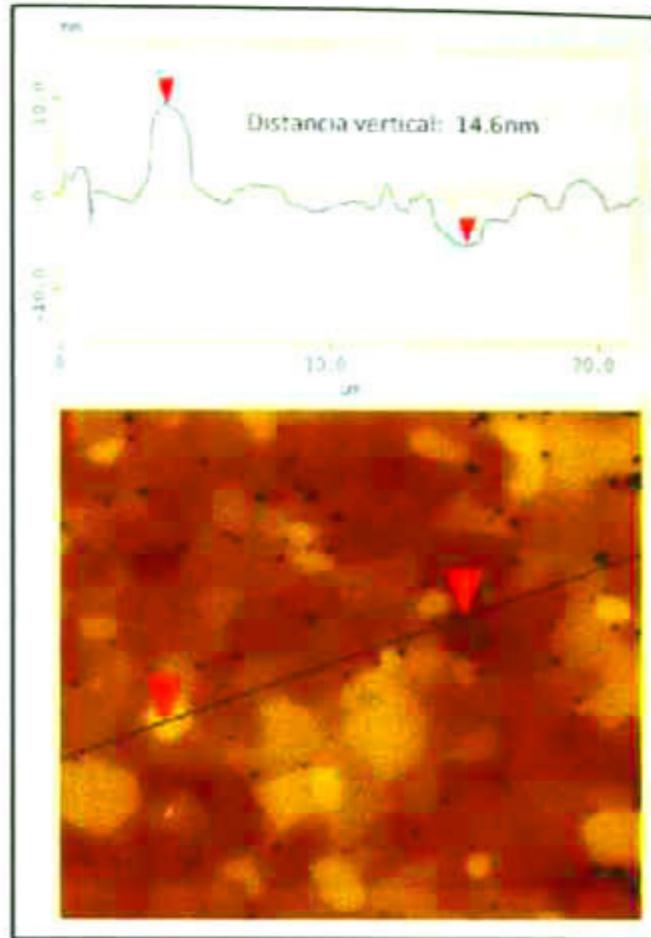


Figura 62. Análisis de sección transversal de la superficie del material cerámico 16YTaSZ.

### 3.2.3 Análisis de la estructura cristalina

Se realizó la caracterización de la estructura cristalina mediante la técnica de difracción de rayos X de los tres materiales cerámicos estudiados, utilizando un blanco de Cobre con una longitud de onda correspondiente de  $K\alpha$ :  $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$ . La difracción de rayos X en las muestras policristalinas permitió abordar la identificación de fases cristalinas tetragonal ( $t'$ ) presente en los materiales 7YSZ y 16YTaSZ, y la fase cúbica (F) en el material 25Y7TaSZ, como se observa en la Figura 63.

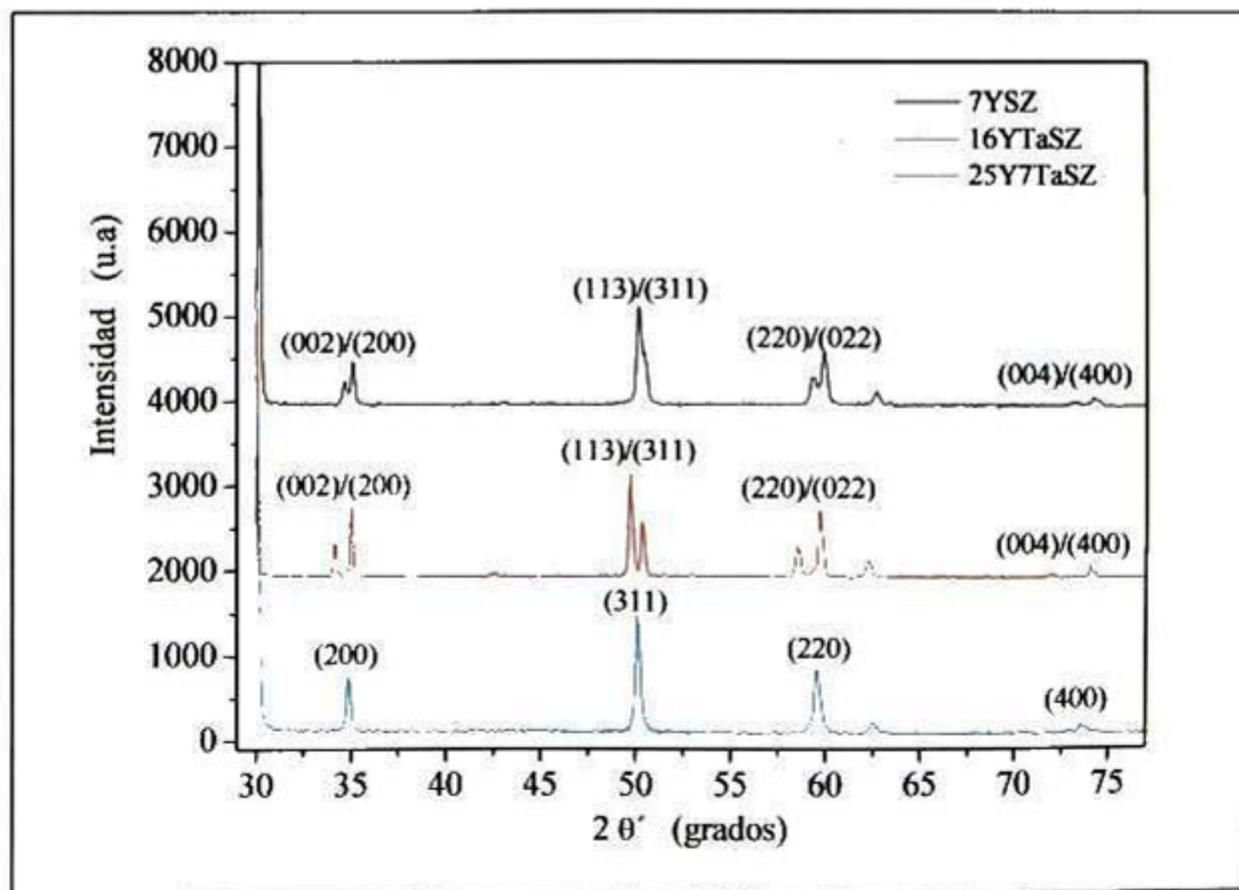


Figura 63. Patrones de difracción de rayos X correspondientes a los materiales cerámicos.

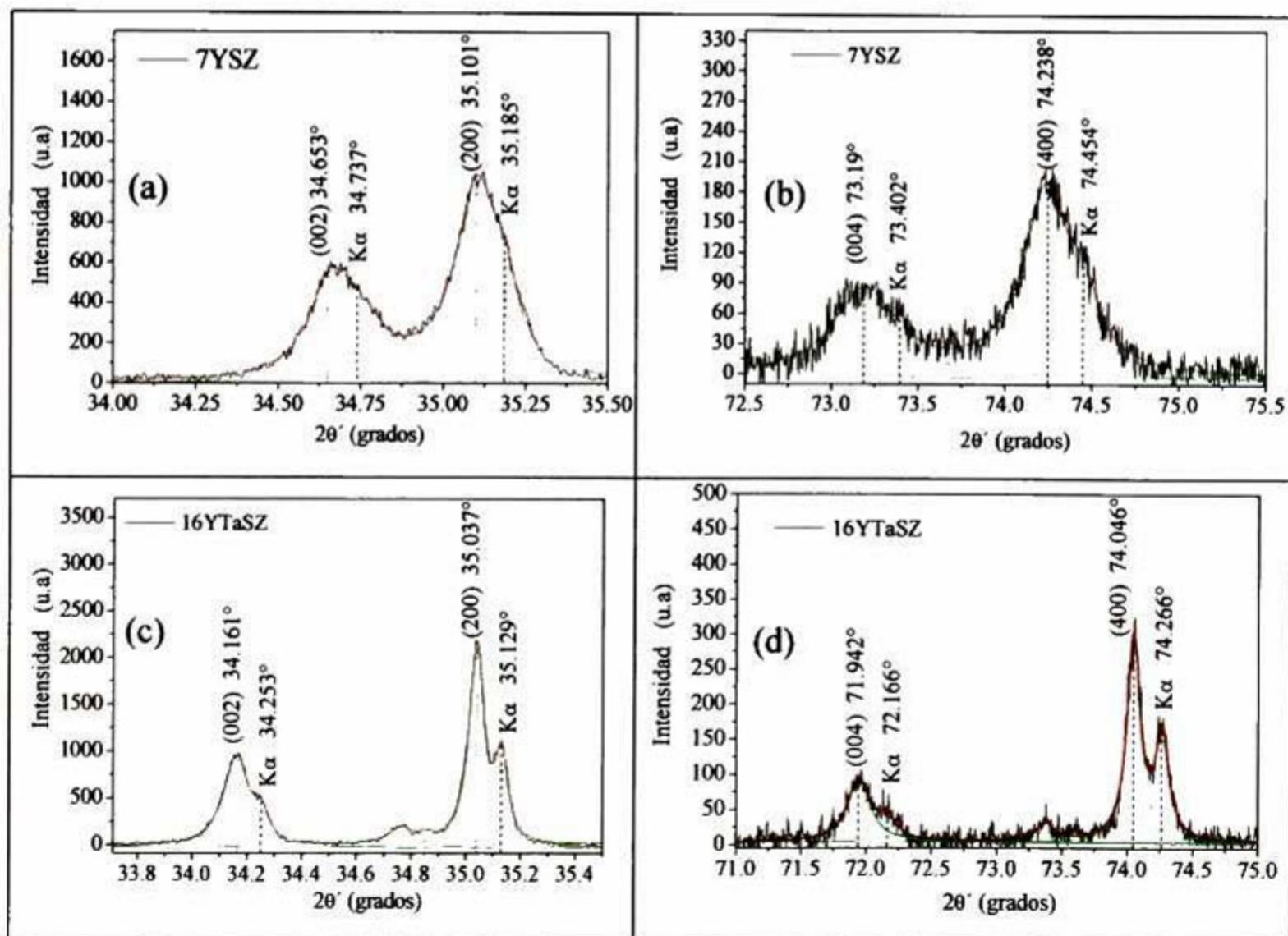
El fenómeno de la difracción puede describirse con la Ley de Bragg (ecuación 102), con la que es posible predecir la dirección en la que se da interferencia constructiva entre los rayos X dispersados coherentemente por un cristal.

$$n\lambda = 2d\text{Sen}\theta' \quad 102$$

De donde la distancia,  $d$ , entre los planos  $h, k$  y  $l$ , puede relacionarse con los parámetros de red,  $\bar{a}$ , como:

$$\bar{a} = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad 103$$

Se llevo a cabo el proceso de deconvolución, para diferenciar los picos asociados a los diferentes planos cristalográficos, en el caso particular con direcciones (002)/(200) en rangos de  $2\theta' = 33.5-35.5$ , y para las direcciones (004)/(400) en rangos de  $2\theta' = 73.5-74.5^\circ$ , para las muestras 7YSZ y 16YTaSZ como se muestra en la Figura 64(a-b) y Figura 64(c-d) respectivamente. Mientras que para el cerámico 25Y7TaSZ con fase cúbica (F), el análisis se realizó en los planos cristalográficos (200) y (400), dentro de los mismos rangos que para el caso de los cerámicos con fase (t'), como se observa en la Figura 64 (e-f).



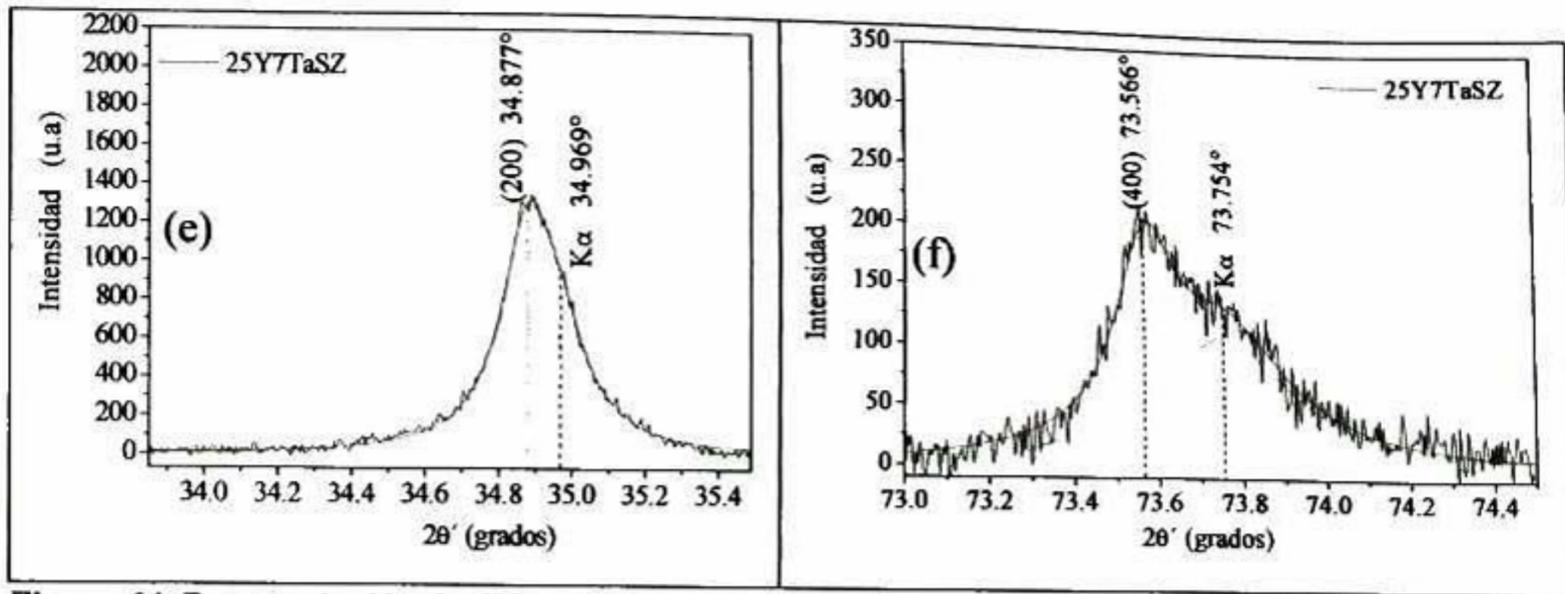


Figura 64. Deconvolución de difractograma para la muestra 7YSZ en los planos (a) (002)/(200) y (b) (004)/(400), para la muestra 16YTaSZ en los planos (c) (002)/(200) y (d) (004)/(400), y para la muestra 25Y7TaSZ en los planos (e) 200 y (f) 400.

Mediante el presente análisis fueron calculados los parámetros de las estructuras cristalinas de los cerámicos resumidos en la Tabla 11.

2 $\theta$ '	d (Å)	h	k	l	Parámetro de red (Å)
<b>25Y7TaSZ</b>					
34.877	2.570	2	0	0	5.141
73.566	1.286	4	0	0	5.145
<b>7YSZ</b>					
34.653	2.586	0	0	2	5.172
35.101	2.554	2	0	0	5.109
73.19	1.292	0	0	4	5.168
74.238	1.276	4	0	0	5.105
<b>16YTaSZ</b>					
34.161	2.622	0	0	2	5.245
35.037	2.559	2	0	0	5.118
71.942	1.311	0	0	4	5.245
74.046	1.279	4	0	0	5.117

Tabla 11. Parámetros de las estructuras cristalinas de los materiales cerámicos.

Finalmente, se determinó la magnitud de la tetragonalidad para los materiales cerámicos con fase tetragonal mediante el análisis de los valores de la relación de los parámetros de red ( $\bar{c}/\bar{a}$ ) experimentales, los valores calculados son reportados en la Tabla 12.

Material	$(\bar{c}/\bar{a}) \text{ exp}$	Fase
25Y7TaSZ	1.0000	F
16YTaSZ	1.0246±0.00025	t'
7YSZ	1.01197±0.00031	t'

**Tabla 12. Cálculos de relación de tetragonalidad.**

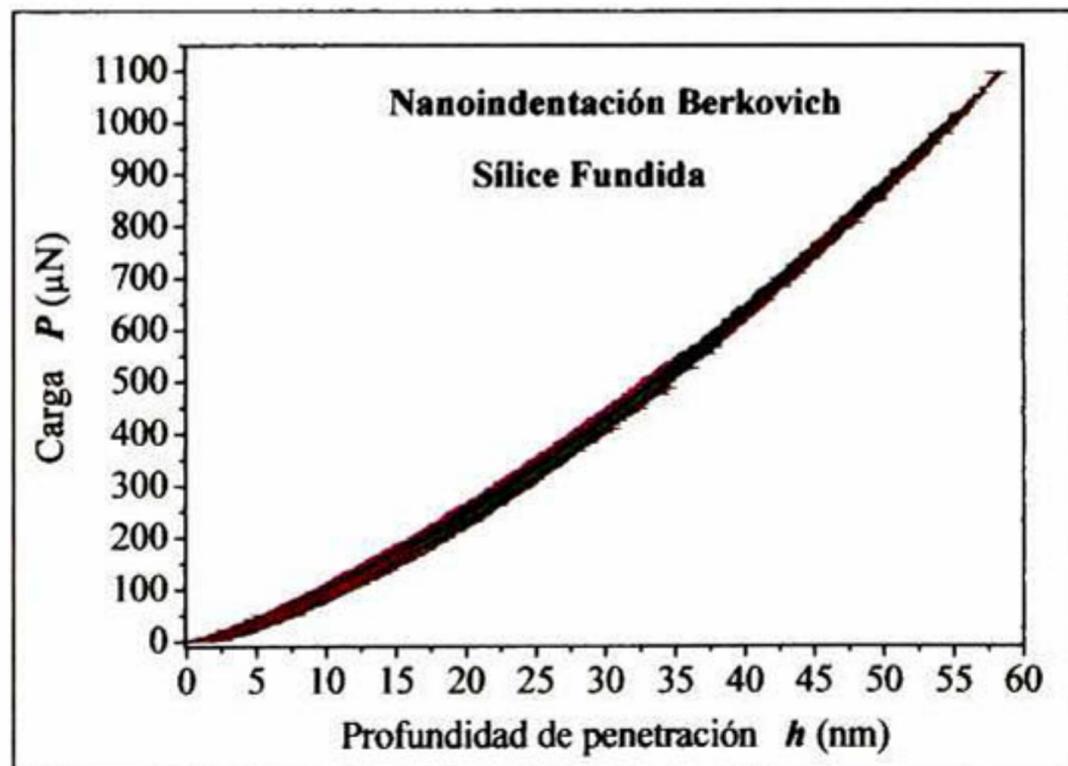
Claramente se puede corroborar la mayor tetragonalidad para el caso del material 16YTaSZ, aparentemente asociado a la disminución de los bajos porcentajes de Itria para estabilizar la fase tetragonal del cerámico [28]. La verificación de los cálculos obtenidos está dada por su correlación con los resultados reportados en la literatura [35].

### 3.2.4 Análisis de nanoindentación Berkovich (BK1) en la muestra de referencia

#### 3.2.4.1 Nanoindentación en sílice fundida

En primera instancia se llevaron a cabo nanoindentaciones con el indentador Berkovich (BK1) en la muestra de referencia de sílice fundida. La carga aplicada fue incrementada desde los 200µN a los 1100µN, con la finalidad de encontrar la penetración máxima permisible hasta donde se mantuviera el comportamiento elástico del material. La evolución de las nanoindentaciones se presenta en la

Figura 65, graficadas con diferente color por cada indentación individual.



**Figura 65. Evolución del comportamiento elástico durante una serie de nanoindentaciones con la punta Berkovich (BK1) de bajas a altas cargas, para el material de referencia de sílice fundida.**

### 3.2.4.2 Análisis de la curva $P_m-a/R$

La curva experimental,  $P-h$ , con máxima carga de  $1030\mu\text{N}$  manteniendo su comportamiento elástico, se transformó a la curva  $P_m-a/R$ , utilizando el procedimiento del análisis considerando la teoría de Hertz.

El módulo elástico reducido,  $E_r$ , se determinó del ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  mostrada en la Figura 66, y utilizando la ecuación 23:

$$E_r = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 29.54 = 69.6 \text{ GPa}$$

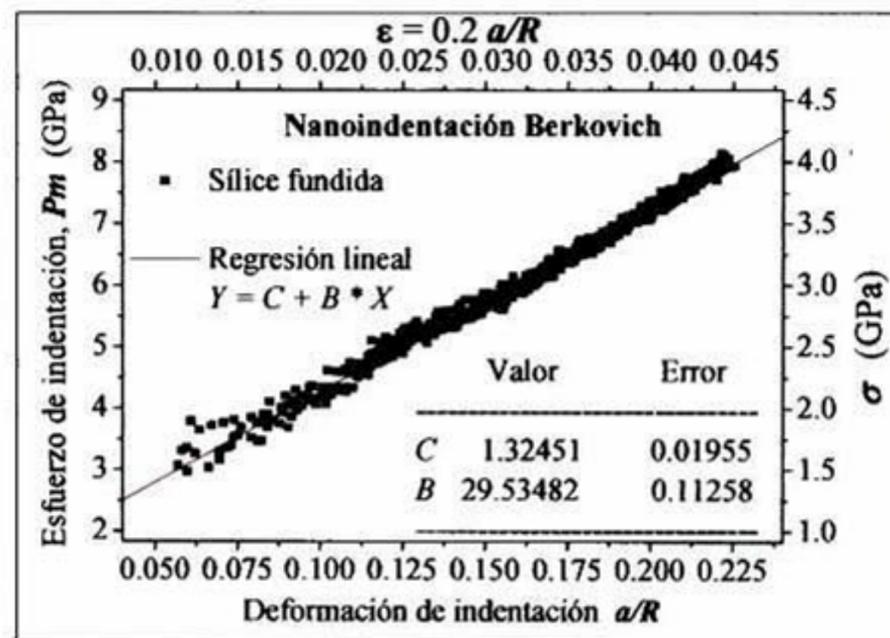


Figura 66. Ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  de la indentación Berkovich (BK1) experimental en sílice fundida.

Y utilizando la ecuación 2, considerando los valores de las propiedades elásticas del diamante para definir las propiedades elásticas del indentador, y la relación de Poisson para la muestra tomada de la literatura [71,92], se encontró el valor del módulo elástico para la sílice fundida:

$$E = (1 - 0.17^2) \left[ \frac{1}{69.6} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 72 \text{ GPa}$$

### 3.2.4.3 Simulación de la curva $P-h$

Se simuló por MEF la nanoindentación en sílice fundida utilizando el modelo piramidal 3D, con la geometría real del indentador desgastado Berkovich (BK1) mostrada en la Figura 37. Los resultados de la simulación se compararon con los resultados obtenidos en la nanoindentación experimental a una carga máxima de  $1030\mu\text{N}$ . Para la simulación se definieron en el modelo las mismas propiedades elásticas que se reportan en la Tabla

1. Como resultado, se obtuvo una buena predicción de la medida experimental con la simulación MEF 3D, como se observa en la Figura 67.

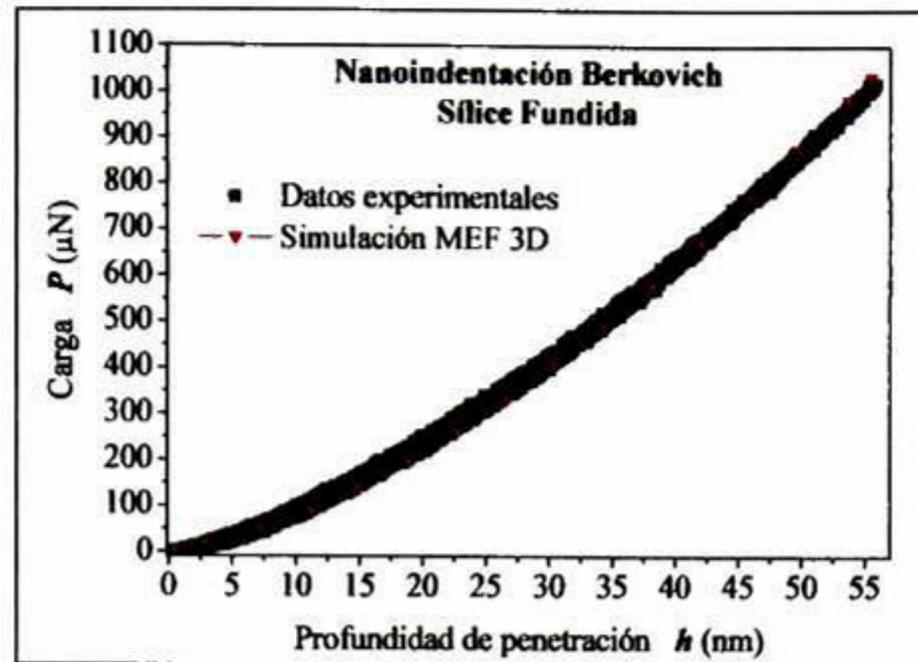


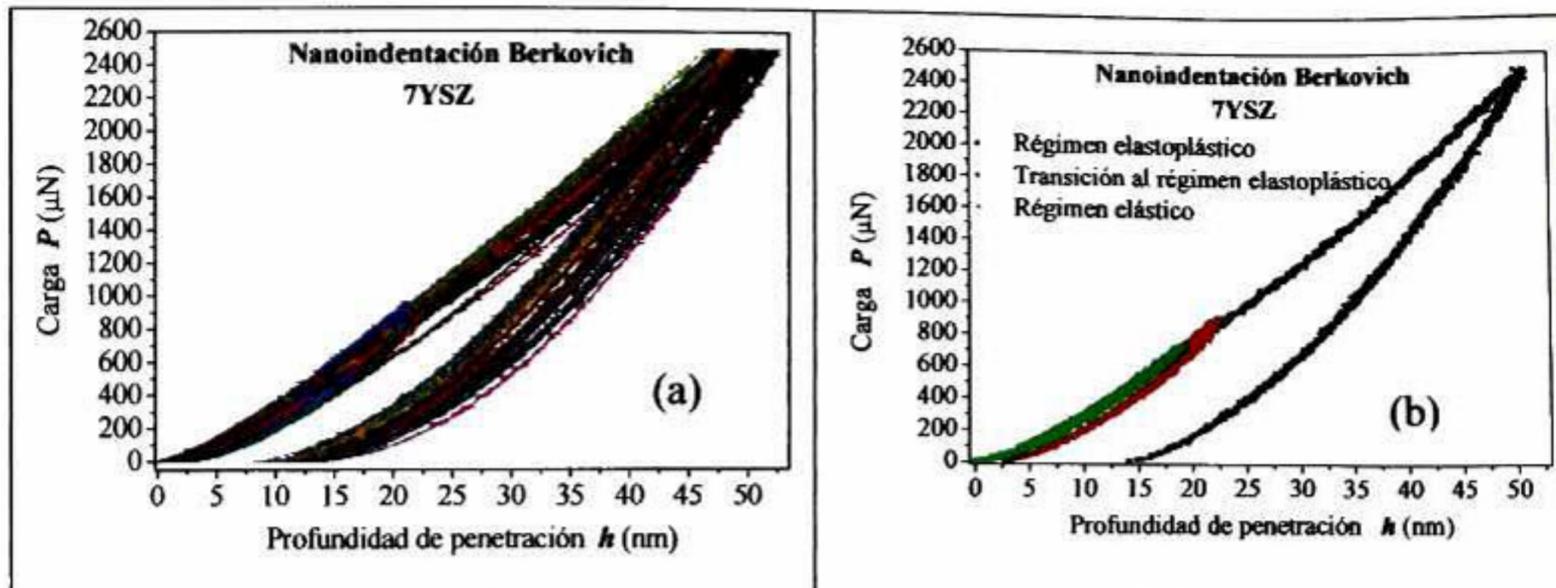
Figura 67. Comparación de la simulación por MEF 3D de la nanoindentación Berkovich (BK1) con comportamiento elástico, con los datos experimentales en sílice fundida.

### 3.2.5 Análisis de nanoindentación Berkovich (BK1) en las muestras cerámicas base zirconia

#### 3.2.5.1 Nanoindentación Berkovich en las muestras cerámicas base zirconia

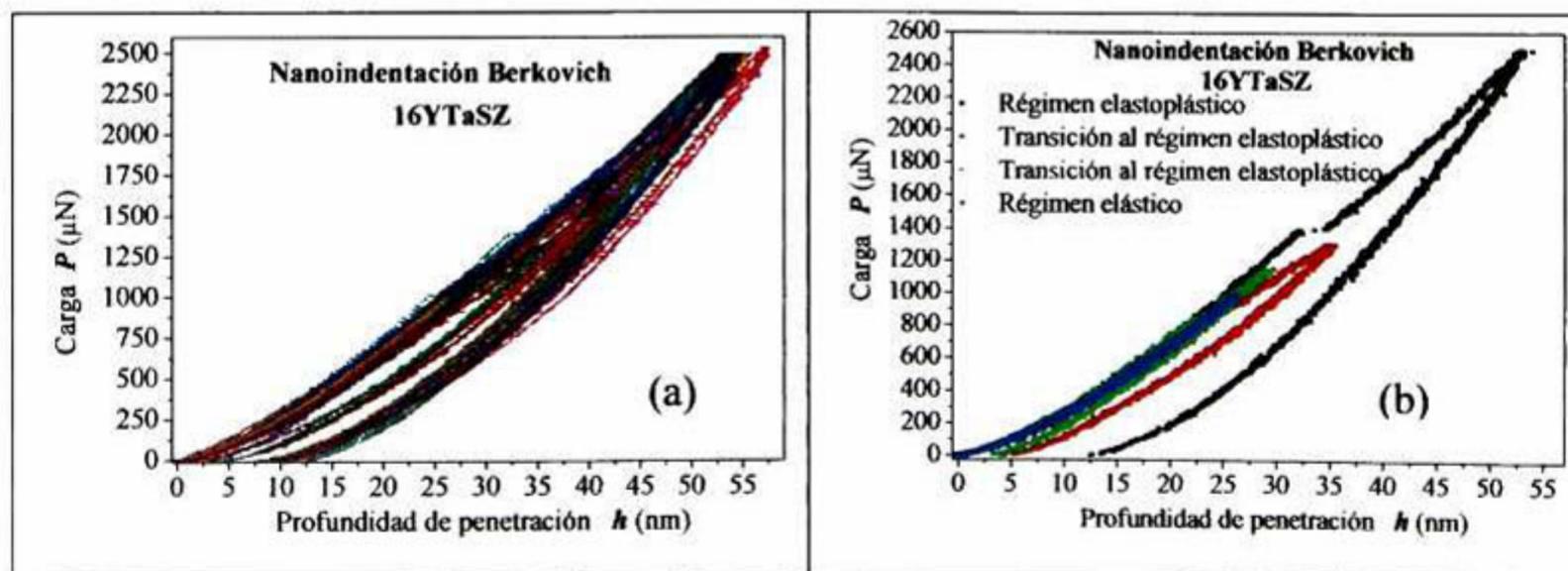
Se realizaron series de nanoindentaciones en las muestras cerámicas con fase tetragonal ( $t'$ ) y con fase cúbica (F) variando las cargas máximas, con la finalidad de encontrar las cargas a las que los materiales dejaban de tener comportamiento puramente elástico, y así poder estudiar el comportamiento de su recuperación elástica durante el proceso de descarga dentro de los regímenes elástico y elastoplástico. En la presente sección, se presentan los resultados del comportamiento de histéresis obtenido durante los ensayos de nanoindentación en las primeras etapas de deformación elástica, y posteriormente se presenta el análisis de la parte elastoplástica.

En la Figura 68a se observa la evolución del comportamiento elástico al elastoplástico de la muestra cerámica 7YSZ durante las pruebas de nanoindentación a cargas variables. Se debe resaltar que la carga de  $850\mu\text{N}$  fue la máxima carga a la cual el material mantuvo un comportamiento elástico. En el rango de cargas entre  $900\mu\text{N}$  a  $1000\mu\text{N}$  se presentó histéresis en la curva  $P-h$  en la parte de la descarga, sin obtenerse una penetración residual al término del proceso, y finalmente, por encima de los  $1000\mu\text{N}$  se tuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico del material, como se muestra en la Figura 68b.



**Figura 68.** Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 7YSZ.

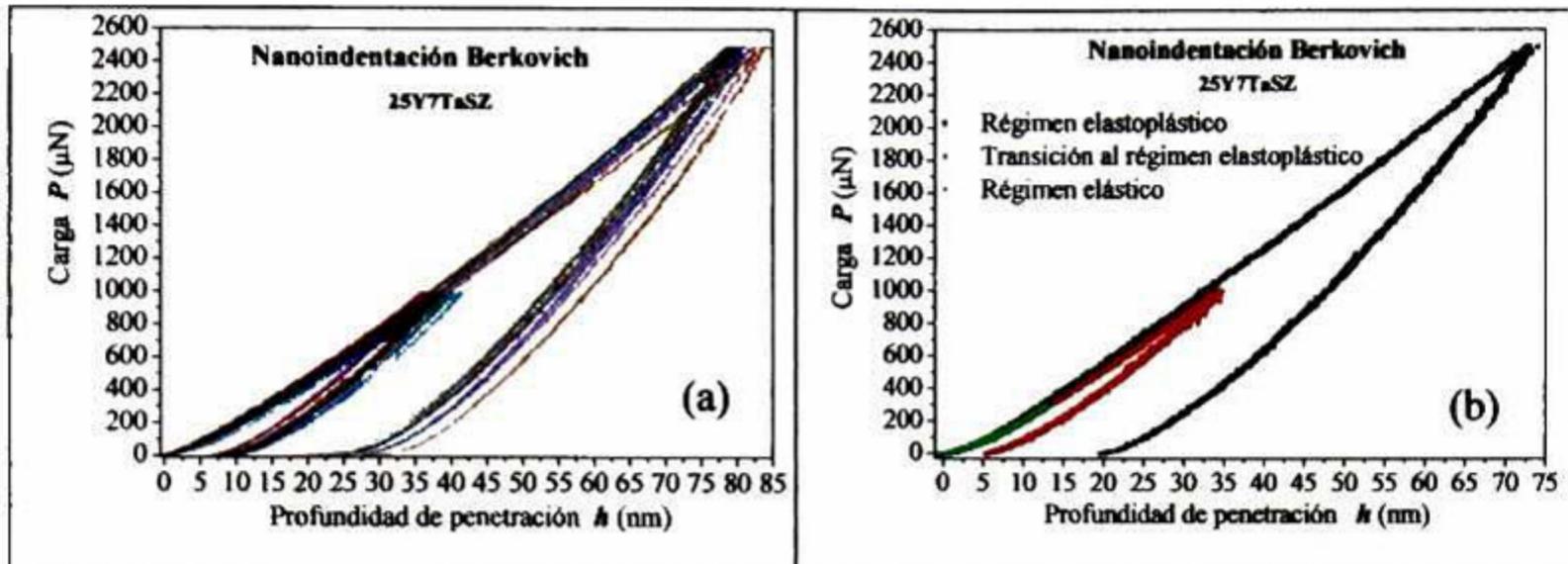
En el material cerámico 16YTaSZ se observó, durante las pruebas de nanoindentación a cargas variables mostradas en la Figura 69a, que a una carga de  $1000\mu\text{N}$  el material mantiene un comportamiento puramente elástico. Dentro del rango de cargas entre los  $1000\mu\text{N}$  y  $1400\mu\text{N}$  se presentó histéresis en la parte de la descarga, similar al comportamiento del material cerámico 7YSZ, sin observarse una penetración residual al término del proceso. Y finalmente, por encima de los  $1400\mu\text{N}$  se obtuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico. Para el caso del material cerámico 16YTaSZ, la elastoplástica transición se definió claramente después de la aparición de una extra penetración a carga constante, durante el proceso de carga, como se observa en la Figura 69b. En donde las nanoindentaciones en el material cerámico 16YTaSZ, se realizaron sobre los granos considerados como altos (ver Figura 62).



**Figura 69.** Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 16YTaSZ.

Para el caso del material cerámico 25Y7TaSZ, en su evolución del comportamiento elástico al elastoplástico, bajo las mismas pruebas de nanoindentación a cargas variables

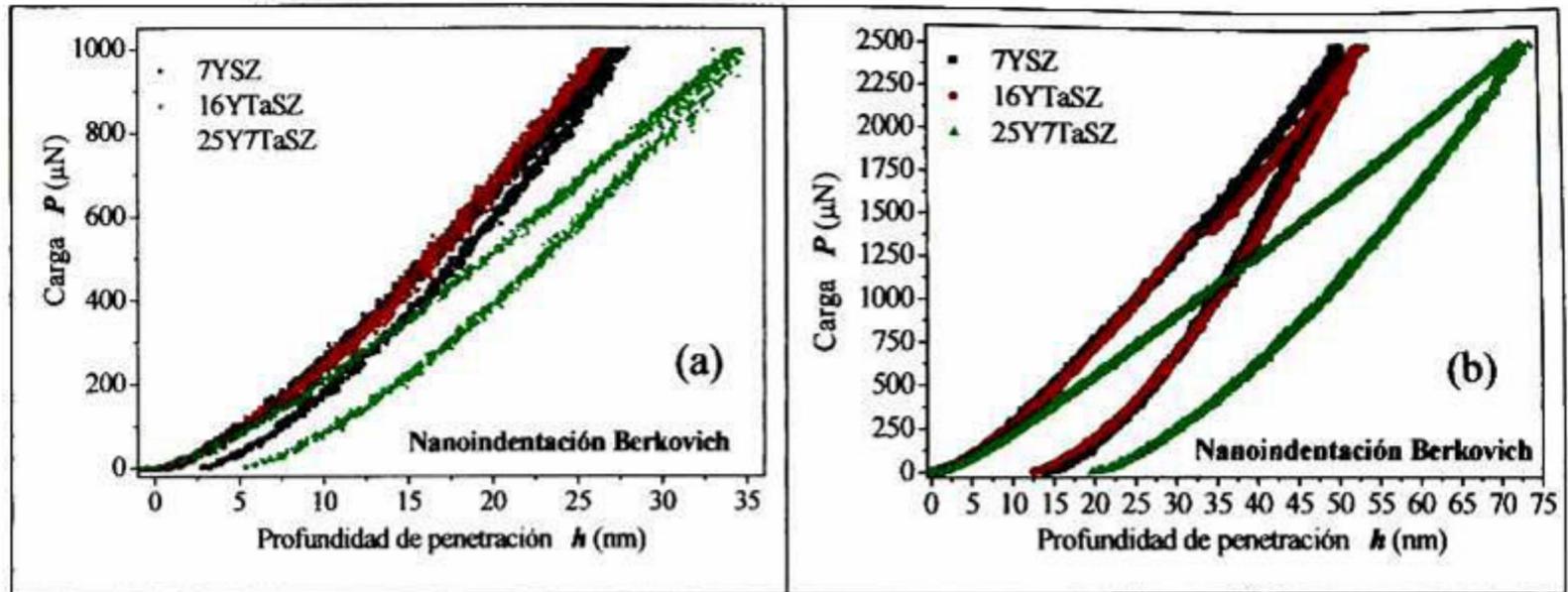
mostradas en la Figura 70a, la máxima carga a la cual el material mantuvo un comportamiento elástico fue de  $300\mu\text{N}$ , sin presentarse el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga. Y por encima de los  $300\mu\text{N}$ , se obtuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico, como se observa en la Figura 70b.



**Figura 70. Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico (a) una matriz de indentaciones con la punta Berkovich (BK1) a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 25Y7TaSZ.**

En la Figura 71a se muestra la comparación de las nanoindentaciones para los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ) y fase cúbica (F), a la misma carga máxima de indentación de  $1000\mu\text{N}$ , en donde se pueden observar tres diferentes comportamientos de deformación en los materiales. Para el caso del material 16YTaSZ se presenta un comportamiento puramente elástico, en el material 7YSZ se presenta comportamiento elástico pero con histéresis en la parte de la descarga, y para el cerámico con fase cúbica, se presenta un completo comportamiento elastoplástico. Mientras que en la Figura 71b, se muestra la comparación de las nanoindentaciones para los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ) y cúbica (F), a la misma carga máxima de nanoindentación de  $2500\mu\text{N}$ , en donde para los tres casos se presenta un completo comportamiento elastoplástico. El presente estudio muestra cómo se pudo encontrar una deformación muy similar durante todo el proceso de nanoindentación para los cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), con la diferencia de la aparición de una extra penetración en la curva  $P-h$  durante el proceso de carga para el caso del cerámico 16YTaSZ. Cabe resaltar la diferencia de apenas unos cuantos nanómetros en la recuperación elástica del material 16YTaSZ en comparación con el 7YSZ, aun cuando en el cerámico 16YTaSZ se presentó una mayor penetración al aplicar la misma carga máxima de  $2500\mu\text{N}$ . Y como también se puede observar, ambos materiales cerámicos

con fase tetragonal ( $t'$ ), tienen un significativo incremento en su resistencia a la penetración en comparación con el material con fase cúbica (F).



**Figura 71. Comparación de las nanoindentaciones Berkovich (BK1) en los materiales cerámicos con fase  $t'$  y cúbica, a la misma carga aplicada de (a)  $1000\mu\text{N}$  y (b)  $2500\mu\text{N}$ .**

En el presente trabajo se propone que es posible asociar al fenómeno de histéresis, la cual se genera en la parte de la descarga durante el proceso de nanoindentación cuando aún no se tiene comportamiento elastoplástico en los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), asumiendo que el re-direccionamiento de dominios es el causante de la deformación ferroelástica del material que se observa en la parte de la descarga, diferente a la deformación puramente elástica en donde la curva  $P-h$  de descarga es igual a la de carga antes de alcanzar el esfuerzo de cedencia del material,  $\sigma_y$ . Pues para el caso de los cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), si se le aplican cargas por debajo del rango de magnitudes donde aparece el fenómeno de histéresis, una vez que se alcanza el esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , las deformaciones generadas son reversibles, desapareciendo las deformaciones al re-direccionar los dominios de la estructura a su estado inicial, cuando se disminuyen los esfuerzos por debajo del esfuerzo coercitivo. Lo cual se confirma al final del proceso de nanoindentación, ya que no se observaron deformaciones remanentes en la topografía de la superficie del material.

Las deformaciones residuales generadas en las nanoindentaciones, utilizando cargas máximas de  $2500\mu\text{N}$  con el nanoindentador Berkovich (BK1) en los materiales cerámicos (ver Figura 71b), se muestran en la Figura 72a para el caso del material 7YSZ, en la Figura 72b para el 16YTaSZ, y en la Figura 72c para el 25Y7TaSZ, con un tamaño de imagen de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ ,  $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$  y  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$  respectivamente, adquiridas mediante el sistema de escaneo topográfico del nanoindentador Hysitron.



**Figura 72. Huellas de nanoindentación Berkovich (BK1) a una carga máxima de 2500 $\mu$ N en los materiales cerámicos (a) 7YSZ, (b) 16YTaSZ y (c) 25Y7TaSZ.**

### 3.2.5.2 Análisis de las curvas $P_m-a/R$

Las curvas  $P-h$  experimentales, mostradas en la Figura 71b, fueron transformadas a la forma  $P_m-a/R$ , (ver Figura 73a) utilizando el procedimiento del análisis de Hertz, con la finalidad de extraer la información de las propiedades elásticas y elastoplásticas de los materiales cerámicos ensayados.

De igual manera que para el caso de la sílice fundida, los módulos elásticos reducidos,  $E_r$ , para los materiales 7YSZ, 16YTaSZ y 25Y7TaSZ, se determinaron respectivamente del ajuste lineal de las curvas  $P_m-a/R$  mostradas en la Figura 73b-d, utilizando la ecuación 23:

$$E_{r \rightarrow 7YSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 87.53 = 206.24 GPa$$

$$E_{r \rightarrow 16YTaSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 84.25 = 198.51 GPa$$

$$E_{r \rightarrow 25Y7TaSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 78.56 = 185.1 GPa$$

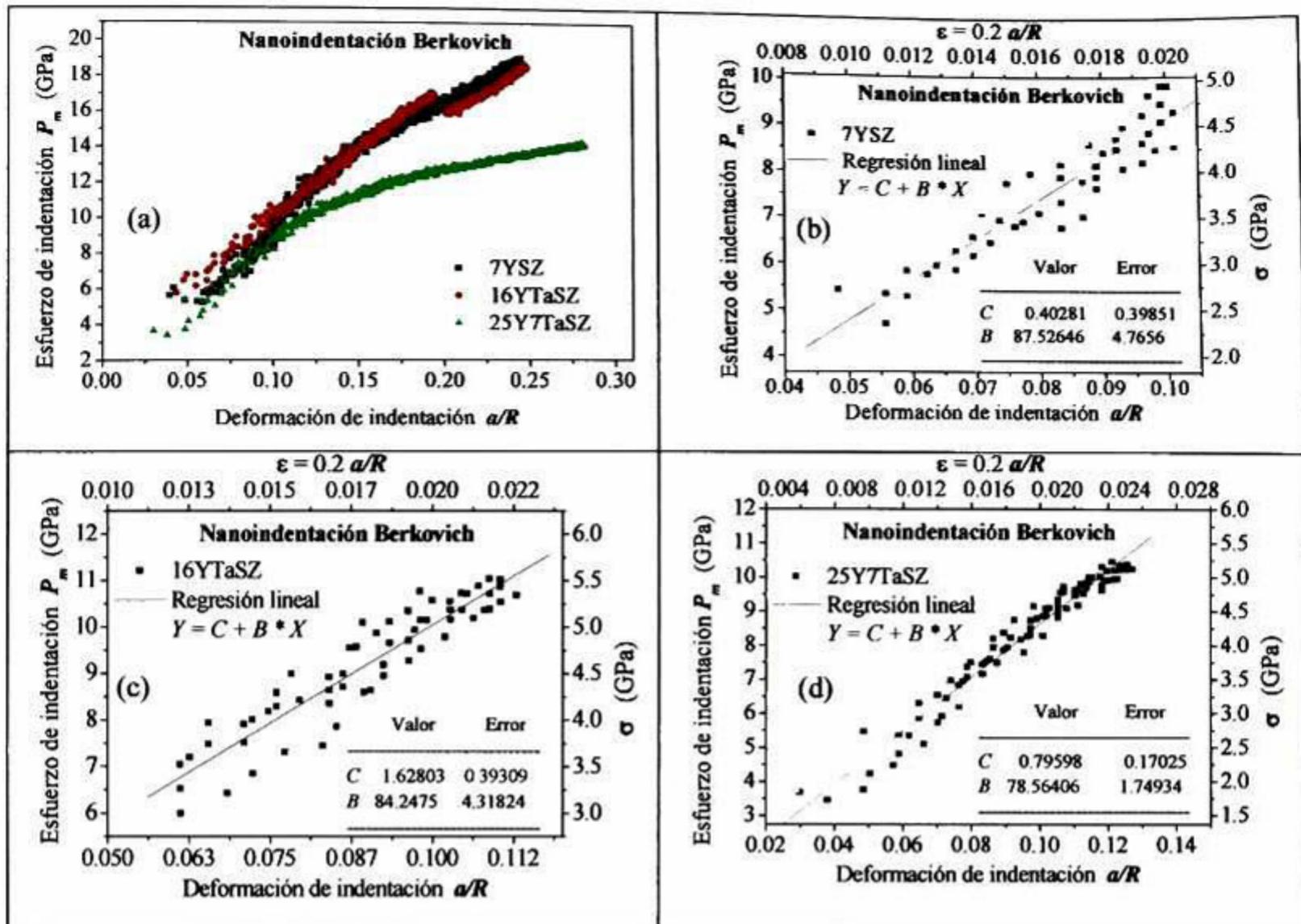


Figura 73. Curvas  $P_m$ - $a/R$  experimentales para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta Berkovich (BK1) (a) comparación general, y ajustes lineales para (b) 7YSZ, (c) 16YTaSZ y (d) 25Y7TaSZ.

Y utilizando la ecuación 2, considerando los valores de las propiedades elásticas del diamante para definir las propiedades elásticas del indentador, y la relación de Poisson para los cerámicos base zirconia tomada de la literatura [29], se encontró el valor de los módulos elásticos para los materiales cerámicos base zirconia:

$$E_{\rightarrow 7YSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{206.24} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 237 GPa$$

$$E_{\rightarrow 16YTaSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{198.51} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 226.22 GPa$$

$$E_{\rightarrow 25Y7TaSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{185.1} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 207.91 GPa$$

Como se observó anteriormente, para el cálculo de los módulos de elasticidad mediante el análisis de las curvas  $P_m$ - $a/R$ , en el ajuste lineal se consideraron las partes iniciales hasta donde dejaba de presentarse un comportamiento lineal. Un análisis de las

pendientes de las curvas  $P_m-a/R$ , muestra similar magnitud y forma de comportamiento en los materiales 7YSZ y 16YTaSZ en todo el rango de presiones.

De acuerdo a la información que aquí presentamos, el esfuerzo coercitivo y el esfuerzo de cedencia pueden ser determinados por dos detalles experimentales diferentes. El esfuerzo coercitivo se asocia al inicio de la aparición de “histéresis” en el comportamiento de la curva  $P-h$  en la parte de la descarga, cuando no se presenta deformación plástica en el material, es decir, cuando  $h_f = 0$ . Un criterio adicional que se utiliza para determinar el esfuerzo coercitivo se basa en el análisis de la curva  $P_m-a/R$ , tomando el valor máximo de  $P_m$  que permite un mejor ajuste lineal para predecir el módulo de elasticidad del material. Mientras que el límite del comportamiento elástico, se obtiene cuando la profundidad de penetración residual después de la prueba de indentación es  $h_f \neq 0$ . Es decir, cuando se realizó la completa transición al régimen elastoplástico. Tanto el esfuerzo coercitivo como el de cedencia finalmente se determinan considerando los valores de  $P_m$  en la ecuación 25.

Hay una diferencia determinante entre los resultados presentados en este estudio y los reportados por Baither para el muestra YSZ con fase (t'), donde el esfuerzo coercitivo  $\sigma_c = 650\text{MPa}$  es mucho menor respecto a los valores obtenidos en nuestro análisis, como consecuencia de las restricciones de flujo de las presiones impuestas por el material que rodea el volumen de deformación [76], y por supuesto, por la diferente respuesta durante la prueba de compresión que el material presenta a escala macro que a una escala micro-nano. Así, el valor que presentamos de esfuerzo coercitivo será definido como “esfuerzo coercitivo de indentación” denotado como  $\sigma_{ci}$ . En la Tabla 13 se resumen los parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales  $P_m-a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia.

$E$ , Módulo elástico (GPa)	$\nu$ , Relación de Poisson	$\sigma_{ci}$ , Esfuerzo coercitivo de indentación (GPa)	$\sigma_y$ , Esfuerzo de cedencia (GPa)
<b>7YSZ</b>			
237±25.69	0.25	5.35±0.8	7.73±0.24
<b>16YTaSZ</b>			
226.22±15.39	0.25	5.74±0.12	8.89±0.14
<b>25Y7TaSZ</b>			
207.91±26.57	0.25		5.36±0.93

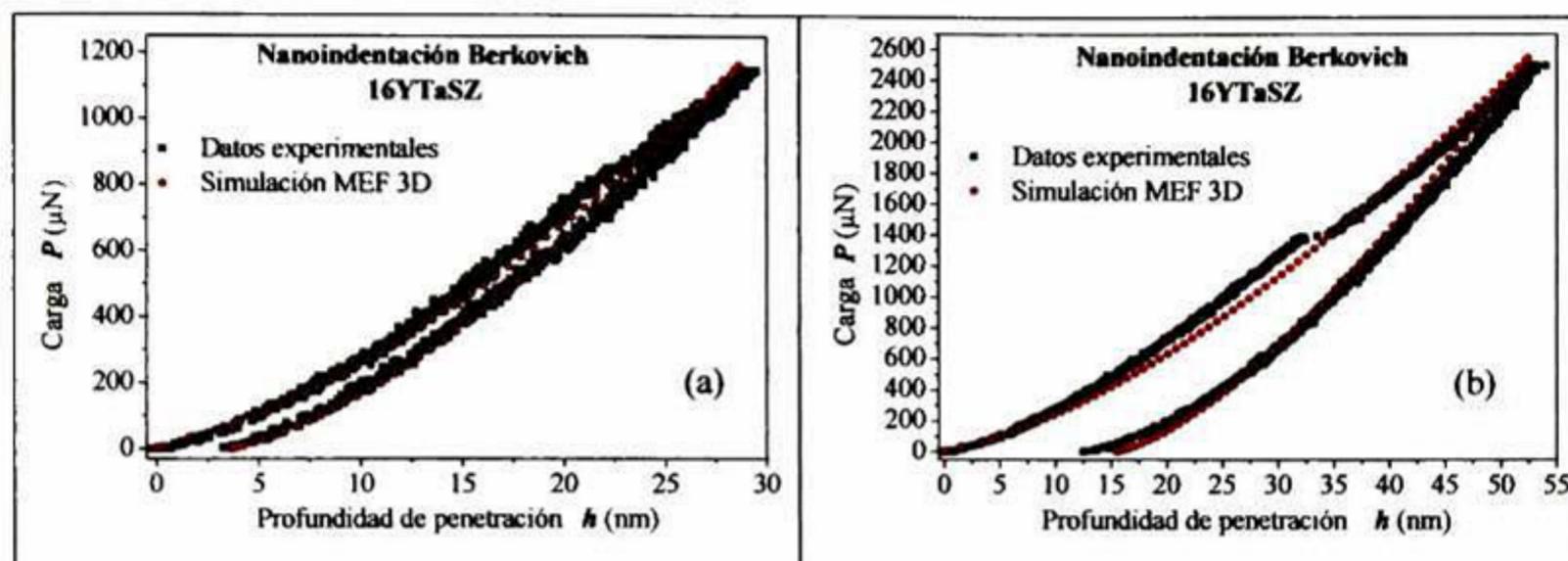
**Tabla 13. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales  $P_m-a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta Berkovich (BK1).**

En resumen, en las pruebas de nanoindentación, independientemente de la carga máxima aplicada, los materiales 7YSZ y 16YTaSZ presentan un comportamiento equivalente en las curvas  $P_m-a/R$ , lo que justifica la analogía aplicada de la ley constitutiva reportada por Baither con la desarrollada en el presente trabajo a partir de las curvas  $P_m-a/R$ , para ser implementada en nuestras simulaciones MEF de las nanoindentaciones en la muestra 16YTaSZ. El presente estudio se planteó con el fin de estudiar el efecto ferroelástico y el endurecimiento por deformación, como un comportamiento más realista del material. Con el cual, se evita las consideraciones erróneas de algunas de las hipótesis de simplificar las simulaciones MEF del ensayo de nanoindentación en muestras cerámicas base zirconia, en las que se introducen errores en el modelado, especialmente en los valores de los límites elásticos, y posteriormente del punto de cedencia, considerando las muestras como elásticas perfectamente plásticas [97]. Adicionalmente, también se han propuesto en la literatura simulaciones de ensayos de nanoindentación, sin poder llevar a cabo la predicción correcta de las curvas de nanoindentación  $P-h$  en el material de cerámico YSZ, debido a las diferencias entre la geometría de la punta de real y el modelo de elementos finitos que fueron utilizados [98].

### **3.2.5.3 Simulación de las curvas $P-h$ de la nanoindentación Berkovich (BK1) en cerámico ferroelástico**

Una buena reproducción de los datos de las nanoindentaciones experimentales con las simulaciones MEF 3D se muestra en la Figura 74. El uso del modelo constitutivo de esfuerzo-deformación multilineal aplicado en las simulaciones MEF 3D se justifica por el estudio de las diferencias obtenidas cuando se realizan las simulaciones de la nanoindentación a cargas bajas (Anexo 5), en donde se presenta el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga, presentando la solución numérica desviaciones de no más de 2nm respecto a los datos experimentales. Mostrado que las curvas  $P-h$  de la simulación MEF 3D pueden ser bien ajustadas con los resultados experimentales, representando la histéresis del material que se observa en la parte de la descarga (ver Figura 74a). También con la simulación MEF 3D (Anexo 6), obtuvimos resultados con buena concordancia con los resultados experimentales  $P-h$ , de la nanoindentación con una carga máxima de 2500 $\mu$ N presentando comportamiento elastoplástico, como se muestra en la Figura 74b, utilizando el mismo modelo constitutivo y con los mismos valores de los parámetros encontrados con el análisis de las curvas  $P_m-a/R$  (ver Tabla

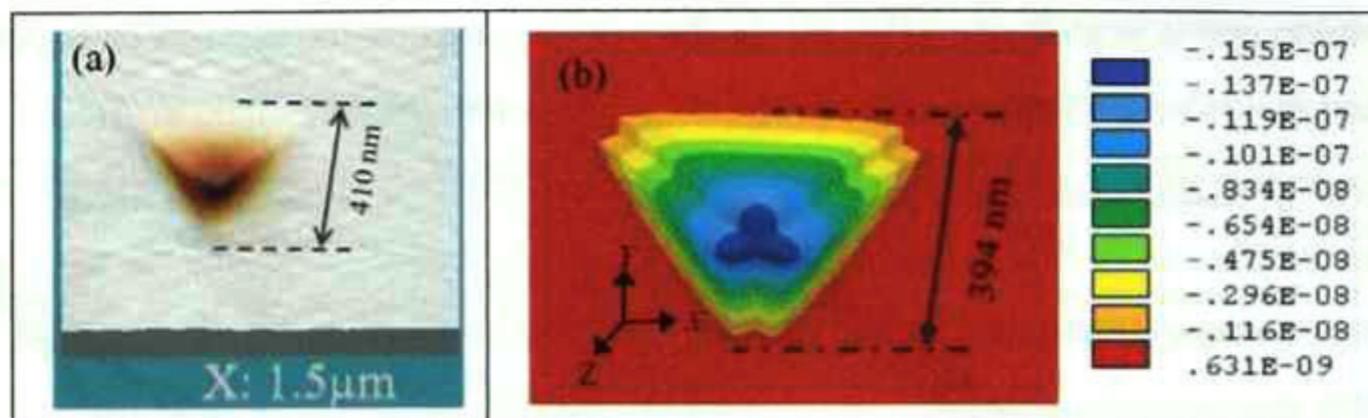
13). Es necesario señalar que el efecto de almacenamiento de energía elástica y su liberación como una extra-penetración espontánea a carga constante “pop in”, puede ser reproducida por la simulación MEF 3D solamente como un incremento en la penetración en forma progresiva conforme se va incrementando la carga, y no de forma espontánea como se puede observar en la Figura 74b. Sin embargo, una vez rebasada la extra-penetración, la reproducción de la medida experimental tiene de nuevo muy buena correlación con la simulación MEF 3D, incluso en la recuperación elástica en la parte de la descarga con una diferencia en la profundidad de penetración residual de 3nm.



**Figura 74. Comparación de los datos experimentales para el cerámico ferroelástico 16YTaSZ, con las simulaciones de las nanoindentaciones Berkovich (BK1) con comportamiento (a) elástico-ferroelástico y (b) elastoplástico, por simulación MEF 3D.**

En la Figura 75a se muestra la huella residual experimental de la nanoindentación Berkovich con carga máxima de  $2500\mu\text{N}$  en el material cerámico 16YTaSZ, con un tamaño de imagen de  $1.5\mu\text{m} \times 1.5\mu\text{m}$  obtenida mediante el sistema de escaneo topográfico del nanoindentador Hysitron, y la huella obtenida de su respectiva simulación con el modelo MEF 3D mostrada en la Figura 75b. Como puede verificarse, la predicción de las deformaciones residuales por la simulación MEF 3D tiene una muy buena correlación con la medida experimental, donde se mide la longitud de la huella desde el centro de una de las caras al vértice opuesto, teniendo las deformaciones de la simulación una desviación del 4% respecto a la experimental. En la gráfica, las claves de colores representan las magnitudes de los desplazamientos verticales en la dirección Y en metros.

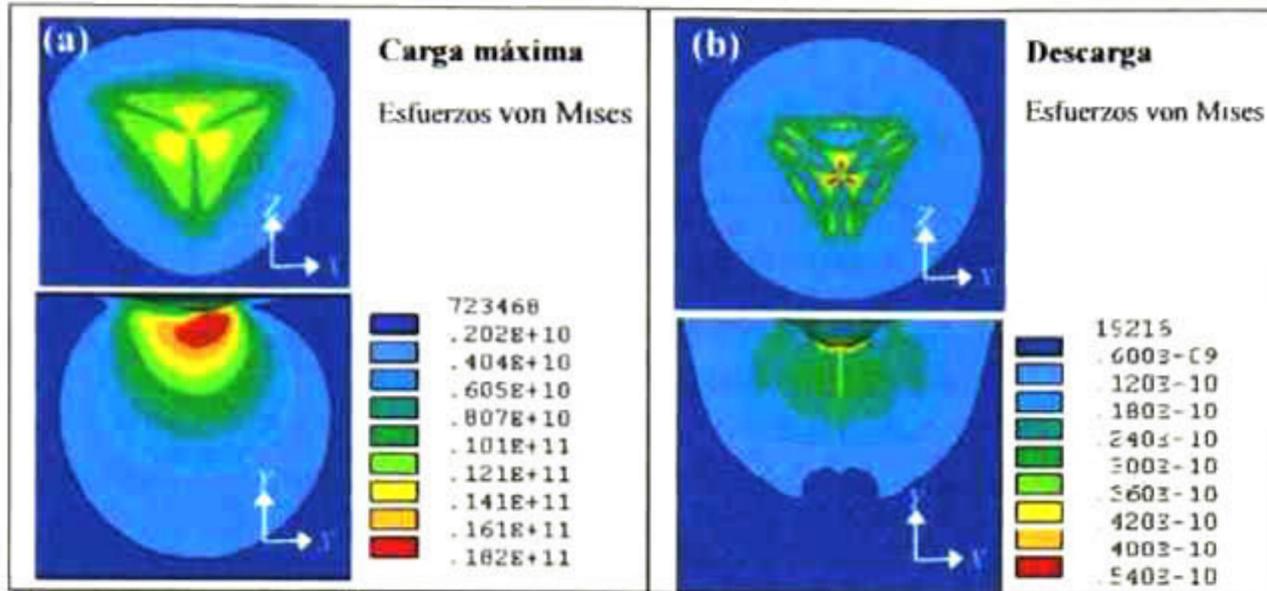
Figura 75b. Como puede verificarse, la predicción de las deformaciones residuales por la simulación MEF 3D tiene una muy buena correlación con la medida experimental, donde se mide la longitud de la huella desde el centro de una de las caras al vértice opuesto, teniendo las deformaciones de la simulación una desviación del 4% respecto a la experimental. En la gráfica, las claves de colores representan las magnitudes de los desplazamientos verticales en la dirección Y en metros.



**Figura 75. Comparación de las deformaciones residuales de la nanoindentación Berkovich (BK1) elastoplástica (a) experimental y (b) la obtenida por la simulación MEF 3D.**

Los resultados de los esfuerzos von Mises, sobre y debajo de la superficie del material cerámico 16YTaSZ, se muestra en la Figura 76a y b, a la carga máxima de 2500μN y después de la descarga respectivamente, que corresponden a la simulación de la nanoindentación dentro del rango elastoplástico. Donde los esfuerzos máximos (con las claves de colores en escala de Pascales) son representados por el color rojo, y las partes libres de esfuerzos son representadas por el color azul. En las deformaciones superficiales se puede observar cómo la magnitud de los esfuerzos se ven considerablemente disminuidos en la parte de las aristas, debido a que se ve el efecto de el contacto del material con la parte del indentador con desgaste. El radio del volumen de deformación es de 0.75μm, aproximadamente la mitad del promedio del radio de contacto  $a$  del indentador con la muestra. Adicionalmente, analizando los anteriores resultados en conjunto con las medidas de las deformaciones experimentales, se pueden definir la magnitud de los esfuerzos calculados a los cuales no se alcanzan a generar fractura en el material, alrededor de los 18GPa. Mientras que los esfuerzos residuales máximos resultan tener una magnitud de 5.4GPa, lo cuales están 30% por debajo del esfuerzo coercitivo de indentación. El análisis de los esfuerzos equivalentes nos permitió definir cómo se comporta el material de forma elastoplástica, además del endurecimiento por deformación afectado por el efecto ferroelástico del material. Gracias a el procedimiento que se siguió en el presente trabajo, haciendo uso del estudio de la evolución de las nanoindentaciones a cargas variables, se pudieron encontrar las

cargas que nos permitieron obtener sólo comportamiento elástico y elastoplástico. En los ensayos de nanoindentación realizados, no se llegaron a producir fracturas en el material cerámico, lo cual es complicado de obtener en las pruebas macroscópicas de compresión [41], debido a que los materiales cerámicos base zirconia son frágiles y muy duros.

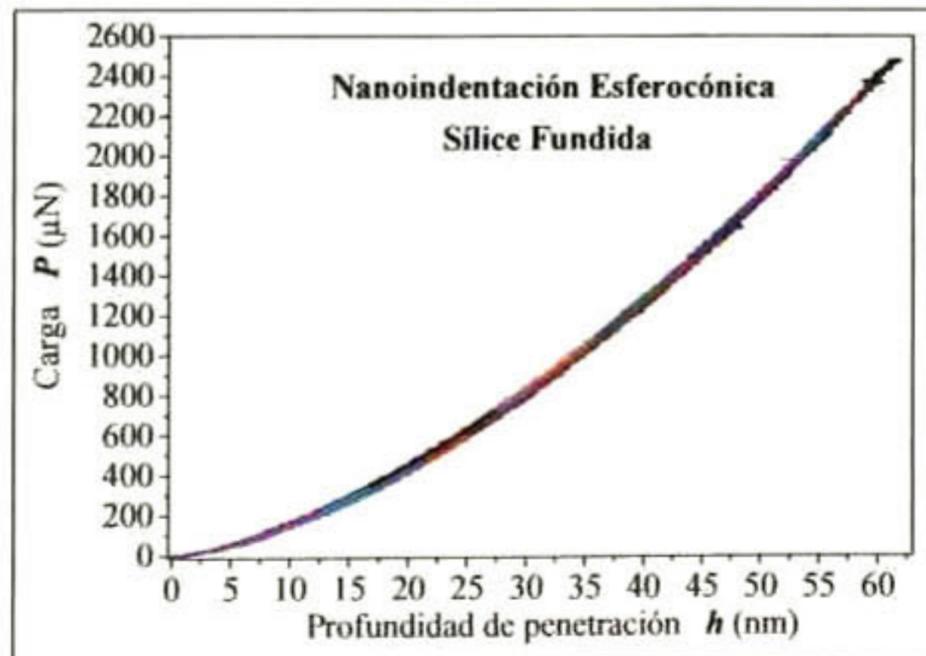


**Figura 76.** Esfuerzos residuales sobre y por debajo de la superficie del material cerámico 16YTaSZ correspondiente a la simulación de la nanoindentación Berkovich (BK1) a (a) la carga máxima de 2500 $\mu$ N, y (b) después de la descarga.

### 3.2.6 Análisis de nanoindentación esferocónica en sílice fundida

#### 3.2.6.1 Experimentación y simulación de las curvas $P-h$ de nanoindentación

Se realizaron nanoindentaciones con el indentador esferocónico en la muestra de referencia de sílice fundida, aumentando la carga aplicada de 594 $\mu$ N a 2482 $\mu$ N, con la finalidad de encontrar la penetración máxima permisible hasta donde se mantuviera el comportamiento elástico del material. En la Figura 77, las curvas  $P-h$  se graficaron con diferente color por cada indentación individual.



**Figura 77.** Evolución del comportamiento elástico durante una serie de nanoindentaciones con la punta esferocónica, de bajas a altas cargas para el material de referencia.

La curva experimental  $P-h$ , con carga máxima de  $2356\mu\text{N}$  la cual se mantuvo dentro de régimen elástico del material, se transformó a la curva,  $P_m-a/R$ , utilizando el mismo procedimiento anteriormente descrito del análisis considerando la teoría de Hertz, para extraer información de las propiedades elásticas del material ensayado.

El módulo elástico reducido,  $E_r$ , se determinó del ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  mostrada en la Figura 66, en combinación con el uso de la ecuación 23:

$$E_r = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 29.575 = 69.68 \text{ GPa}$$

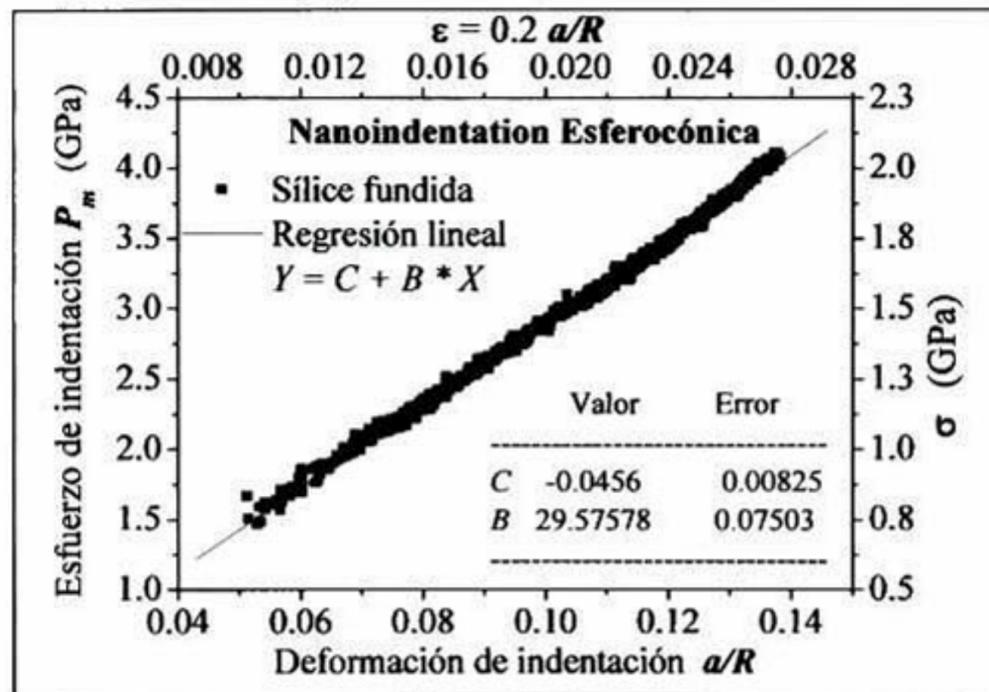
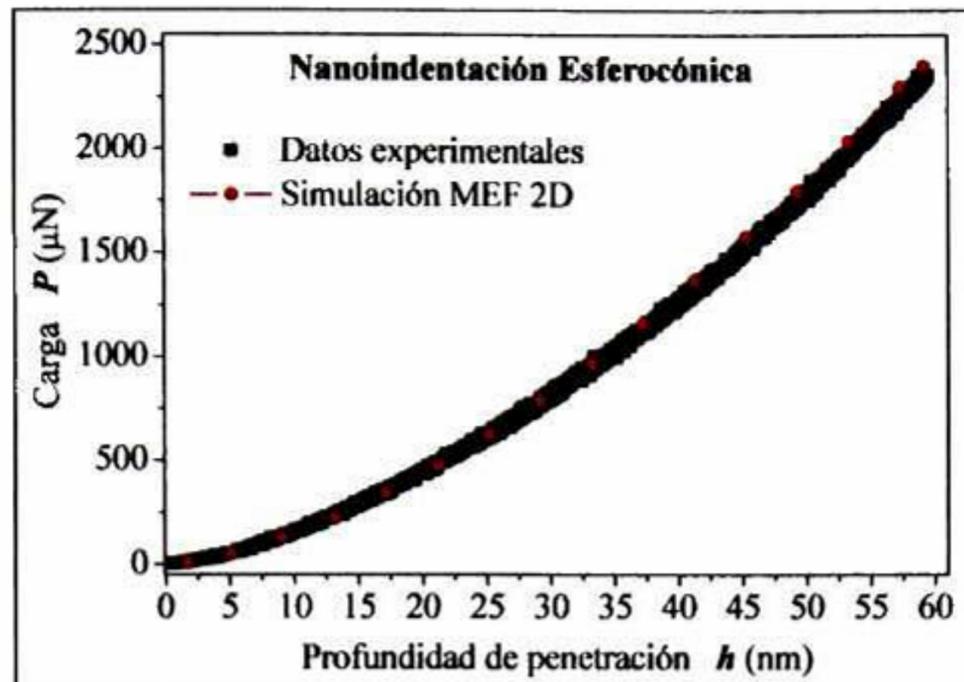


Figura 78. Ajuste lineal de la curva  $P_m-a/R$  de la indentación esferocónica experimental en sílice fundida.

Y utilizando la ecuación 2, considerando los valores de las propiedades elásticas del diamante para definir las propiedades elásticas del indentador, y la relación de Poisson para la muestra tomada de la literatura [71,92], se encontró el valor del módulo elástico para la sílice fundida:

$$E = (1 - 0.17^2) \left[ \frac{1}{69.6} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 72.04 \text{ GPa}$$

Se simuló por MEF la nanoindentación en sílice fundida utilizando el modelo esferocónico 2D con la geometría real del indentador desgastado mostrada en la Figura 38. Para la simulación se definieron en el modelo las mismas propiedades elásticas que se reportan en la Tabla 1. Los resultados de la simulación se compararon con los resultados obtenidos con la nanoindentación experimental. Como resultado, se obtuvo una buena predicción de la medida experimental con la simulación MEF 2D como se observa en la Figura 79.



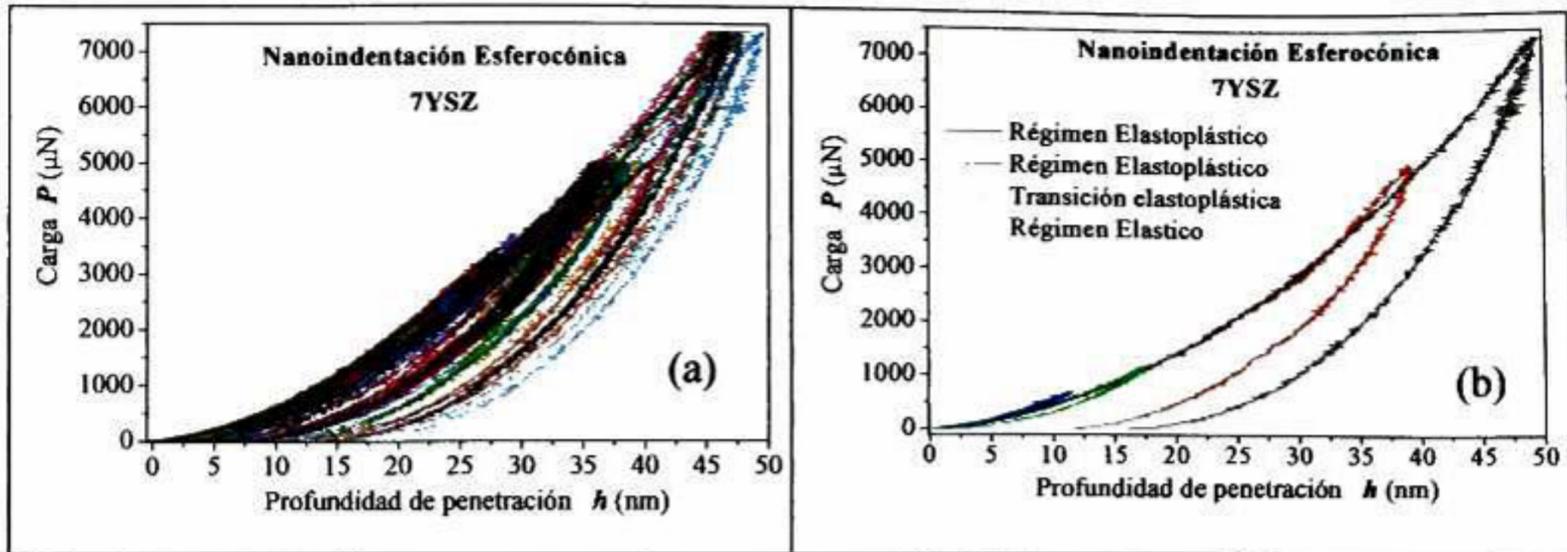
**Figura 79. Comparación de la simulación MEF 2D de la nanoindentación esferocónica elástica en sílice fundida, con los datos experimentales.**

### **3.2.7 Análisis de nanoindentación esferocónica en las muestras cerámicas base zirconia**

#### **3.2.7.1 Nanoindentaciones esferocónicas en las muestras cerámicas base zirconia**

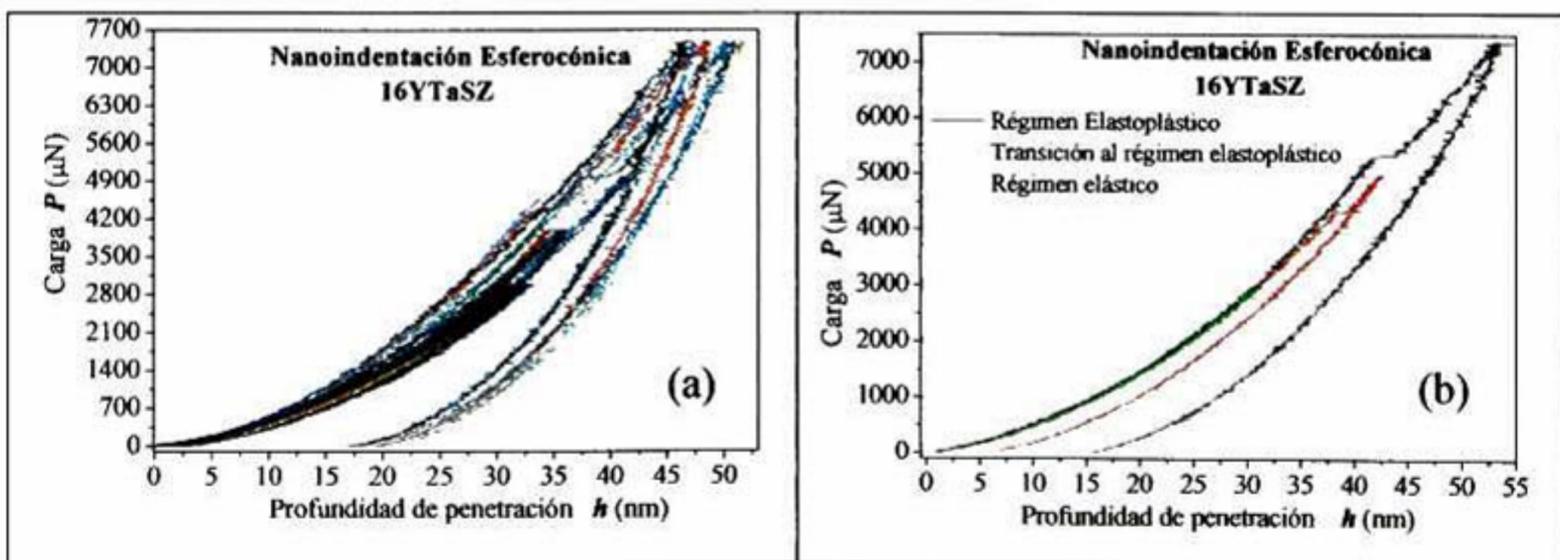
Siguiendo el mismo procedimiento que para las indentaciones con la punta piramidal, se realizaron series de nanoindentaciones en las muestras cerámicas con fase tetragonal (t') y con fase cúbica (F) variando las cargas máximas, con la finalidad de encontrar las cargas a las que los materiales dejaban de tener comportamiento puramente elástico, y también con el propósito de estudiar el comportamiento de su recuperación elástica durante el proceso de descarga dentro de los regímenes elástico y elastoplástico. En la presente sección, se muestran los resultados del comportamiento de histéresis producido durante los ensayos de nanoindentación en las primeras etapas de deformación elástica, y posteriormente se presenta el análisis de la parte elastoplástica.

En la Figura 80a, se observa la evolución del comportamiento elástico al elastoplástico de la muestra cerámica 7YSZ durante las pruebas de nanoindentación a cargas variables. Se debe resaltar que la carga de 700μN fue la carga máxima en la cual el material mantuvo un comportamiento elástico. Para el rango de cargas entre 700μN a 1200μN se presentó el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga, sin observarse alguna penetración residual al término del proceso. Y finalmente, por encima de los 1200μN se obtuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico del material como se muestra en la Figura 80b.



**Figura 80.** Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 7YSZ.

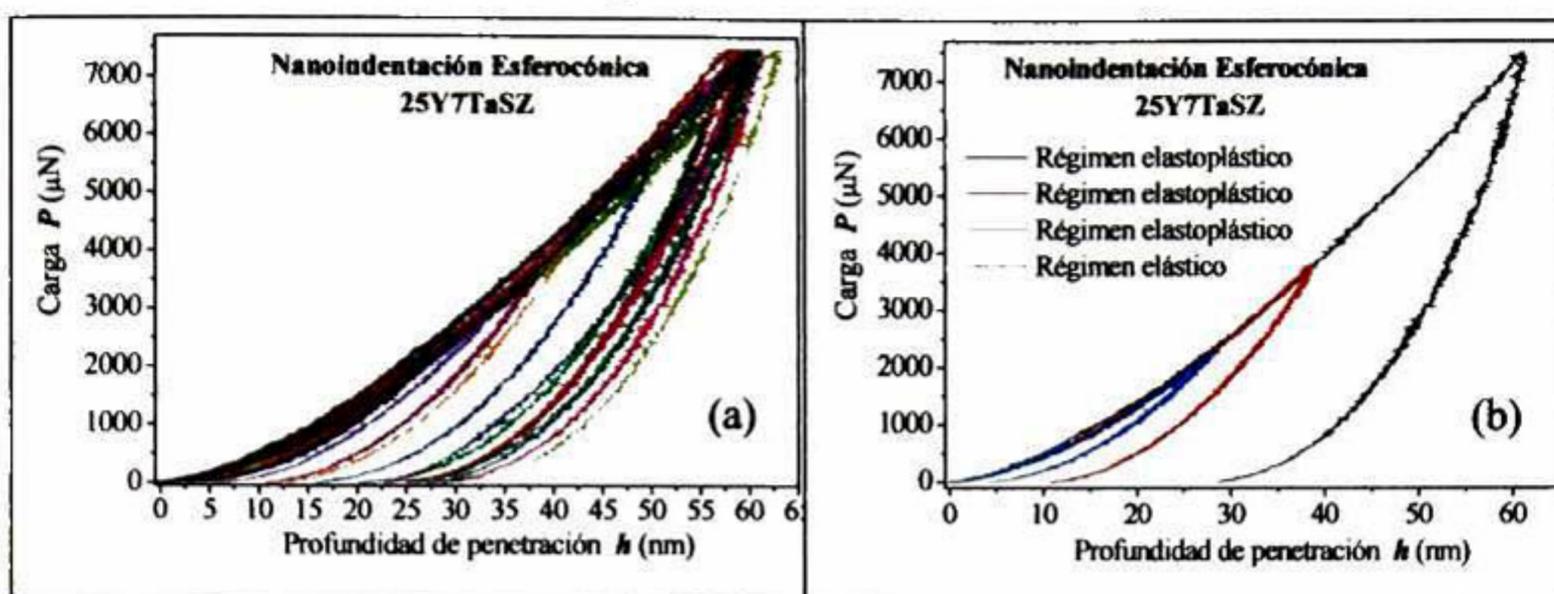
En el material cerámico 16YTaSZ se observó durante las pruebas de nanoindentación a cargas variables mostradas en la Figura 81a, que al aplicar una carga de  $3000\mu\text{N}$  el material mantuvo un comportamiento puramente elástico. Dentro del rango de cargas entre  $3000\mu\text{N}$  a  $5400\mu\text{N}$  se generó histéresis en la curva  $P-h$  en la parte de la descarga, sin presentarse penetración residual al término del proceso. Y finalmente, por arriba de los  $5400\mu\text{N}$ , se obtuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico del material. Nuevamente, la transición al régimen elastoplástico se definió claramente después de la aparición de una extra penetración a carga constante durante el proceso de carga, como se observa en la Figura 81b.



**Figura 81.** Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 16YTaSZ.

Para el caso del material cerámico 25Y7TaSZ en su evolución del comportamiento elástico al elastoplástico, bajo las mismas pruebas de nanoindentación con la punta esferocónica a cargas variables mostradas en la Figura 70a, la máxima carga a la cual el material mantuvo un comportamiento elástico fue de  $700\mu\text{N}$ , sin presentarse el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga. Mientras que por encima de los

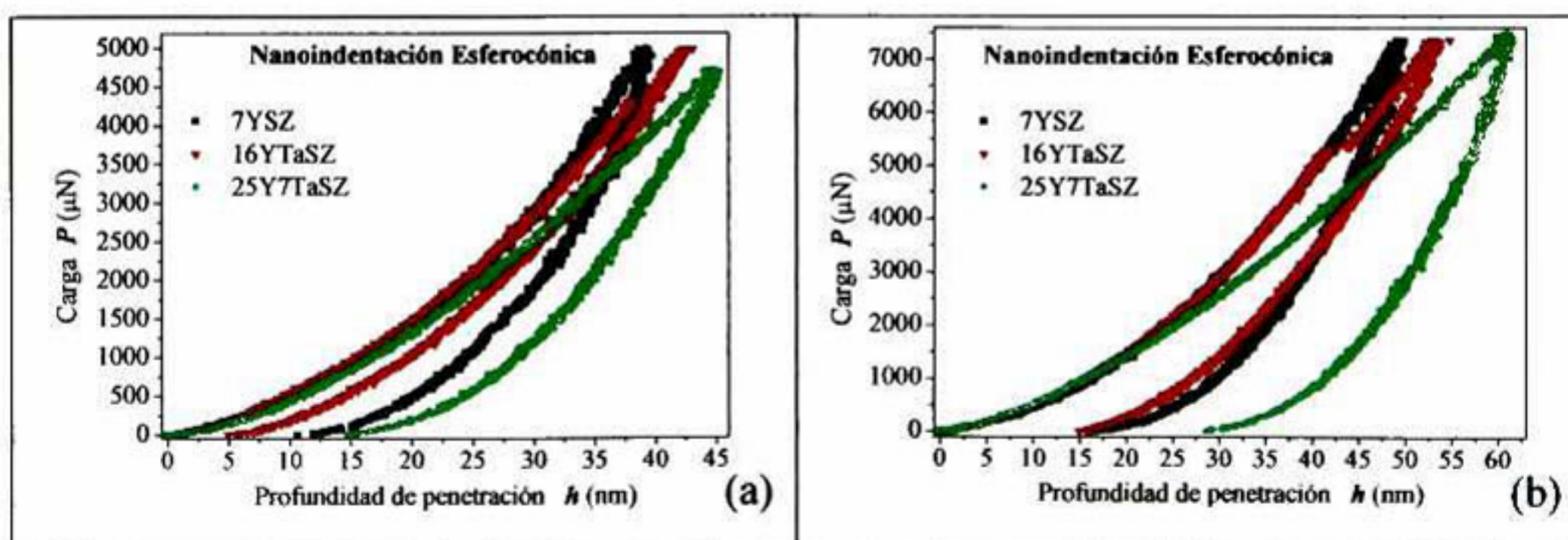
700 $\mu$ N, se obtuvo una completa transición al comportamiento elastoplástico en el material, como se observa en la Figura 82b.



**Figura 82. Evolución del comportamiento elástico al elastoplástico durante (a) una matriz de indentaciones con la punta esferocónica a bajas y altas cargas, y (b) una serie individual de nanoindentaciones, para el material cerámico 25Y7TaSZ.**

En la Figura 83a se hace una comparación de las nanoindentaciones para los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ) con la misma carga máxima de 5000 $\mu$ N, y del material con fase cúbica (F) con una carga máxima de 4700 $\mu$ N, en donde se pueden observar tres diferentes comportamientos de deformación en los materiales. Para el caso del cerámico 16YTaSZ, su comportamiento es elástico pero con histéresis en la parte de la descarga, en donde se puede apreciar la aparición de una extra-penetración. Por lo tanto, se obtuvo el inicio de su transición al régimen elastoplástico, sin llegar a completarse dicha transición. Mientras que en el cerámico 7YSZ se presenta un comportamiento completamente elastoplástico, y lo mismo ocurre para el cerámico 25Y7TaSZ. Sin embargo, en las nanoindentaciones a cargas bajas se ve una clara diferencia en el comportamiento de ambos materiales con fase ( $t'$ ), durante la parte de la descarga. Aparentemente, la diferencias son debidas a que las deformaciones en el material 16YTaSZ son más afectadas por el fenómeno de ferroelasticidad, ya que claramente se observa que la recuperación elástica en el material 16YTaSZ es mucho mayor en la indentación esferocónica, con una diferencia del 48% respecto a la recuperación del material 7YSZ. Donde en la prueba de nanoindentación esferocónica se tiene un mayor volumen de deformación elástica, que el obtenido con la indentación realizada con la punta Berkovich, ya que en las nanoindentaciones esferocónicas a mayores profundidades de penetración se sigue obteniendo un comportamiento elástico en los materiales. Lo anterior puede atribuirse a que existe un mayor volumen del material involucrado en la deformación. En la Figura 83b, se muestra nuevamente una

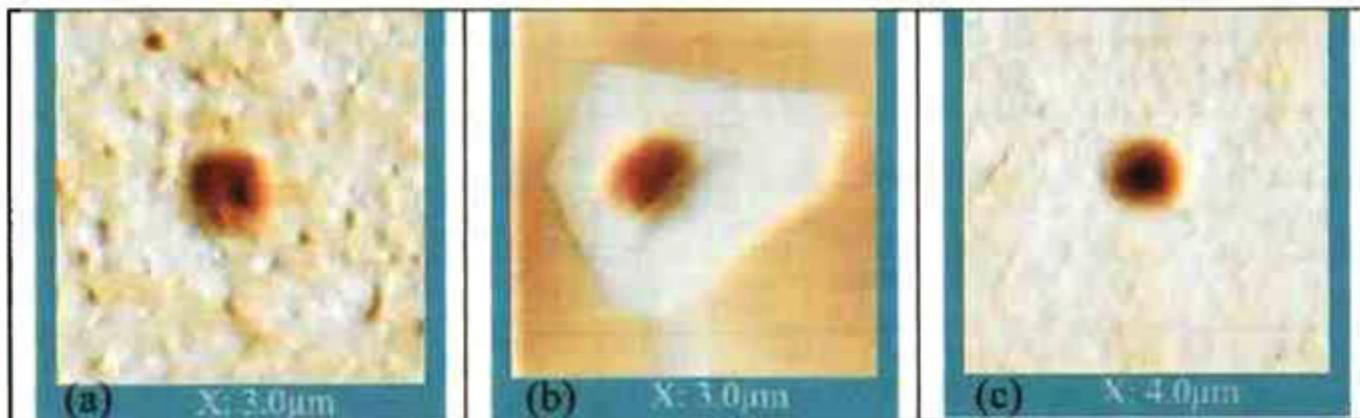
comparación de las nanoindentaciones para los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ) y cúbica (F), a la misma carga máxima de  $7400\mu\text{N}$ , en donde para los tres casos se presenta un completo comportamiento elastoplástico. Nuevamente el estudio reveló cómo presentan comportamientos muy similares durante el proceso completo de nanoindentación los cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), con la diferencia de la aparición de una extra penetración anteriormente mencionado para el caso del cerámico 16YTaSZ. En el presente estudio también se consideraron aquellas nanoindentaciones en el cerámico 16YTaSZ realizadas sobre los granos clasificados como altos (ver Figura 62). Cabe resaltar que una vez alcanzado el comportamiento elastoplástico en ambos materiales cerámicos con fase ( $t'$ ), prácticamente la recuperación elástica es la misma, a diferencia de una considerable mayor recuperación elástica del material 16YTaSZ respecto al 7YSZ, tomando en cuenta la mayor profundidad de penetración obtenida para el material 16YTaSZ. Y corroborando lo sucedido en las nanoindentaciones Berkovich, ambos materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), tienen un considerable incremento en su resistencia a la penetración en comparación con el material con fase cúbica (F). Los resultados obtenidos nos indican que la mejora en la respuesta mecánica en los materiales con fase ( $t'$ ) aquí estudiados, es un probable efecto asociado a su comportamiento ferroelástico, el cual se presenta con mayor intensidad en el material 16YTaSZ.



**Figura 83. Comparación de las nanoindentaciones esféricas en los materiales cerámicos con fase  $t'$  y cúbica, a la carga aplicada de (a)  $5000\mu\text{N}$  y (b)  $7400\mu\text{N}$ .**

Las deformaciones residuales generadas en las nanoindentaciones, utilizando cargas máximas de  $7400\mu\text{N}$  con el nanoindentador esférico en los materiales cerámicos, se muestran en la Figura 84a, b y c, para el caso del cerámico 7YSZ, 16YTaSZ y 25Y7TaSZ, con un tamaño de imagen de  $3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$ ,  $3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$  y  $4\mu\text{m} \times 4\mu\text{m}$  respectivamente, adquiridas mediante AFM. Se puede observar en las micrografías, que para el caso de los cerámicos 7YSZ, y 25Y7TaSZ las deformaciones son regularmente

esféricas, con un diámetro de 684nm y 700nm, y con una profundidad residual de 15 y 25nm, respectivamente, acorde con las medidas de las curvas correspondientes mostradas en la Figura 83b. Sin embargo para el cerámico 16YTaSZ, es claro que existen irregularidades en las deformaciones de la huella esférica, con líneas de deslizamiento paralelas, marcadas con mayor énfasis cerca de la parte inferior derecha de la Figura 84b, generando una especie de escalones en la superficie de indentación, los cuales van atenuándose conforme se acercan al centro de la huella. En el presente trabajo se propone que el comportamiento del cristal es un mecanismo de reforzamiento para el material, con el cual se disminuyen los esfuerzos en forma gradual a medida que se generan las deformaciones locales con geometrías de paredes. Un estudio más detallado, en particular del efecto de la generación de líneas de deformación, se analizará más adelante, ya que juega un papel importante para entender el proceso de reforzamiento que se presenta en el cerámico 16YTaSZ.



**Figura 84.** Huellas de nanoindentación esférica a una carga máxima de 7400µN en los materiales cerámicos (a) 7YSZ, (b) 16YTaSZ y (c) 25Y7TaSZ.

### 3.2.7.2 Análisis de las curvas $P_m-a/R$

Las curvas  $P-h$  experimentales, mostradas en la Figura 83b, fueron transformadas a la forma  $P_m-a/R$ , con el fin de extraer información de las propiedades elásticas y elastoplásticas de los materiales cerámicos ensayados a través del presente análisis. En la Figura 85a, se muestra la transformación de las curvas  $P-h$ , a las curvas  $P_m-a/R$ , de los ensayos en los cerámicos base zirconia correspondientes a las nanoindentaciones con carga máxima de 7400µN.

Los módulos elásticos reducidos,  $E_r$ , para los materiales 7YSZ, 16YTaSZ y 25Y7TaSZ, se determinaron respectivamente del ajuste lineal de las curvas  $P_m-a/R$  mostradas en la Figura 85b-d, y haciendo uso de la ecuación 23:

$$E_{r \rightarrow 7YSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 89.89 = 211.79 GPa$$

$$E_{r \rightarrow 16YTaSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 89.5 = 210.8 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow 25Y7TaSZ} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 89.1 = 210 \text{ GPa}$$

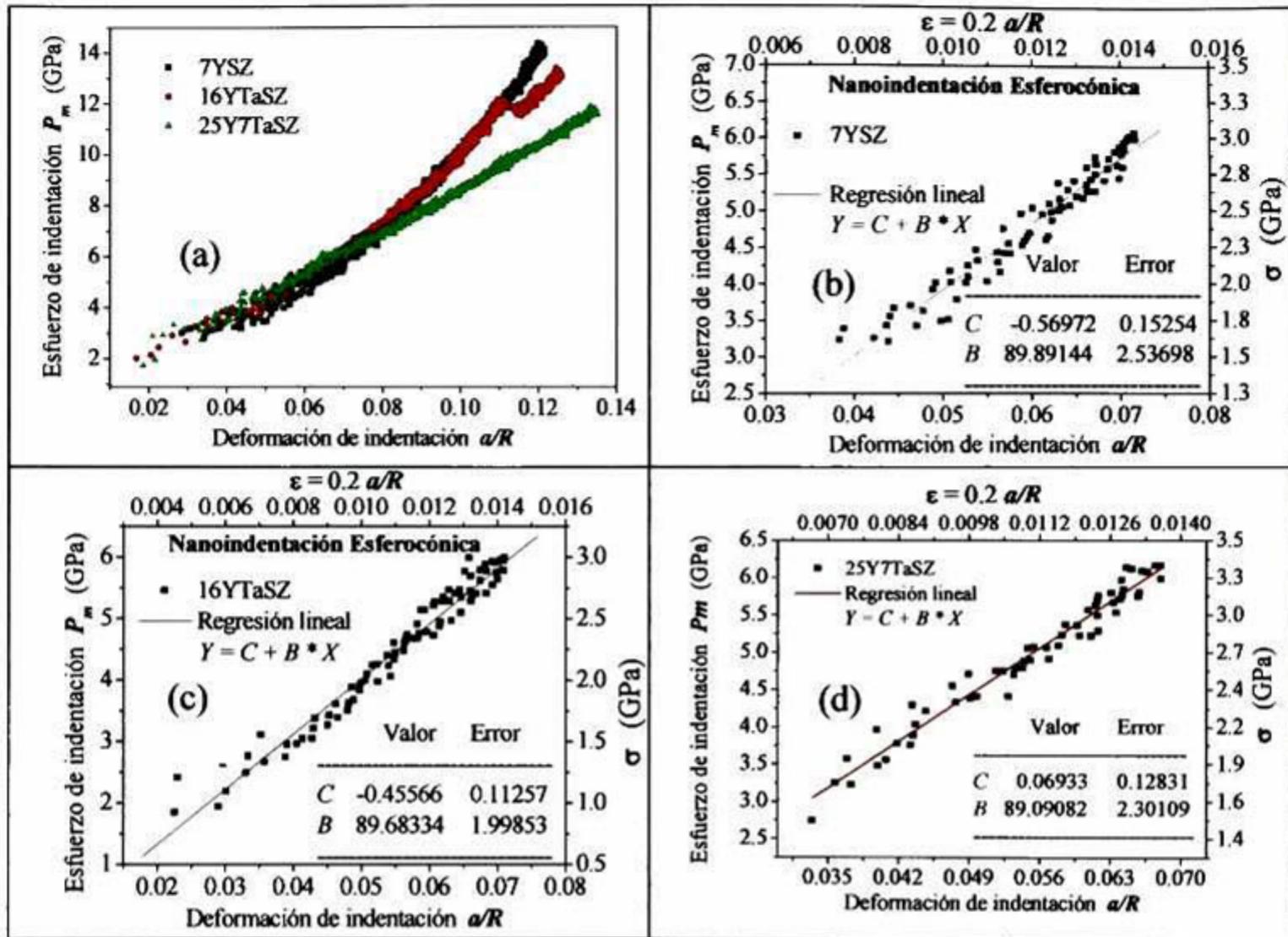


Figura 85. Curvas  $P_m$ - $a/R$  experimentales para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta esferocónica (a) comparación general, y ajustes lineales para (b) 7YSZ, (c) 16YTaSZ y (d) 25Y7TaSZ.

Nuevamente, utilizando la ecuación 2, considerando los valores de las propiedades elásticas del diamante para al definir las propiedades elásticas del indentador, y la relación de Poisson para los cerámicos base zirconia tomada de la literatura [29], se encontró el valor de los módulos elásticos para los materiales cerámicos:

$$E_{\rightarrow 7YSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{211.79} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 244.89 \text{ GPa}$$

$$E_{\rightarrow 16YTaSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{210.8} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 243.47 \text{ GPa}$$

$$E_{\rightarrow 25Y7TaSZ} = (1 - 0.25^2) \left[ \frac{1}{210} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 242.2 \text{ GPa}$$

De manera similar que para el caso de las nanoindentaciones con la punta Berkovich, el cálculo de los módulos de elasticidad mediante el análisis de las curvas  $P_m$ - $a/R$ , en el

ajuste lineal se consideraron las partes del inicio de las curvas, alrededor de los valores de  $P_m = 6.7$  y  $8.5$  GPa. Para el caso de los materiales cerámicos con fase tetragonal ( $t'$ ), el esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , fue definido calculando los valores de los esfuerzos,  $\sigma$ , mediante la ecuación 25, tomando en cuenta los valores de  $P_m$ , de aquellas indentaciones apenas por debajo de las cargas en las que aún no se presentaba el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga. Y de manera similar, los esfuerzos de cedencia fueron calculados considerando los valores de las indentaciones apenas por debajo de las cargas en las que aún no se presentaba deformaciones residuales al final de la descarga. En la Tabla 14 se resumen los parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales  $P_m$ - $a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta esferocónica.

$E$ , Módulo elástico (GPa)	$\nu$ , Relación de Poisson	$\sigma_{ci}$ , Esfuerzo coercitivo de indentación (GPa)	$\sigma_y$ , Esfuerzo de cedencia (GPa)
<b>7YSZ</b>			
245±12.93	0.25	3.31±0.28	3.47±0.25
<b>16YTaSZ</b>			
244.19±14.85	0.25	3.26±0.39	5.67±0.2
<b>25Y7TaSZ</b>			
242.23±13.18	0.25		3.35±0.21

**Tabla 14. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales  $P_m$ - $a/R$ , para los materiales cerámicos base zirconia indentados con la punta esferocónica.**

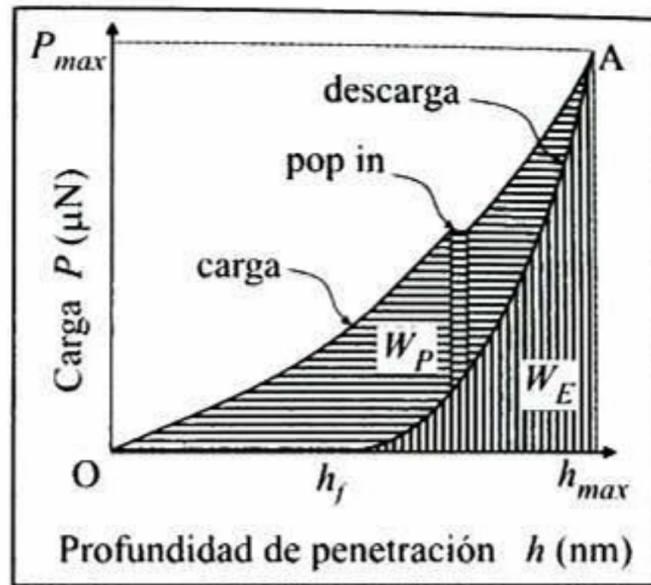
Con la finalidad de estudiar el trabajo  $W$ , realizado durante las pruebas de nanoindentación esferocónicas en los cerámicos base zirconia, se llevo a cabo un análisis adicional, donde se estudiaron las diferencias que existen en sus comportamientos plásticos y elásticos entre los granos.

En la Figura 86 se presenta un esquema del análisis para la energía plástica,  $W_P$  (área O-A- $h_f$ ), y la energía elástica,  $W_E$  (área A- $h_{max}$ - $h_f$ ), generadas durante la carga y descarga, respectivamente. Donde la energía elástica está definida como:

$$W_E = \int B(h-h_f)^m \quad 104$$

y la energía plástica:

$$W_P = \int B(h)^m - \int B(h-h_f)^m \quad 105$$



**Figura 86. Análisis del trabajo elástico y plástico realizado en la prueba de nanoindentación.**

A través del análisis propuesto, es posible determinar la razón de energía elástica,  $W_E^*$  dividiendo la energía elástica entre de la suma de las energías plástica y elástica [99], como se indica en la siguiente ecuación:

$$W_E^* = \frac{W_E}{W_E + W_P} \quad 106$$

Los materiales 7YSZ y 16YTaSZ presentan energías plásticas prácticamente iguales, con una ligera diferencia debido al incremento de la profundidad de penetración durante la carga para el caso del cerámico 16YTaSZ. Como consecuencia, una ligera mayor razón de energía elástica de 62.5% se encontró en el material 16YTaSZ en comparación con la razón de 61.5% para el 7YSZ. Mientras que el material 25Y7TaSZ presentó una razón de 38.9%. Comparando las curvas  $P-h$  para los materiales con fase (t'), se puede observar una vez que la carga máxima se ha alcanzado, que el cerámico 7YSZ presenta mayor oposición a la penetración que el 16YTaSZ. Sin embargo, el análisis de las profundidades de penetración residuales,  $h_f$ , muestra casi los mismos valores para ambos casos, con una variación del 6.7% para el 7YSZ respecto al 16YTaSZ, donde el 16YTaSZ presenta el valor más bajo de  $h_f$ . Lo cual nos lleva a relacionar el aumento en el porcentaje de energía elástica generada durante el proceso de descarga para el cerámico 16YTaSZ, y aunque es una pequeña diferencia, permite tener una mejor respuesta mecánica del cerámico 16YTaSZ respecto al 7YSZ. Lo anterior probablemente se asocia al mayor efecto ferroelástico, que es de esperarse ya que presenta una mayor tetragonalidad en su estructura cristalina. El resumen de los resultados del análisis se presenta en la Tabla 15.

Material	$W_p$ , Energía plástica (nJ)	$W_e$ , Energía elástica (nJ)	$W_p$ , Energía plástica en <i>pop-in</i> (nJ)
7YSZ	0.05	0.08	-
16YTaSZ	0.06	0.1	0.004
25Y7TaSZ	0.11	0.07	-

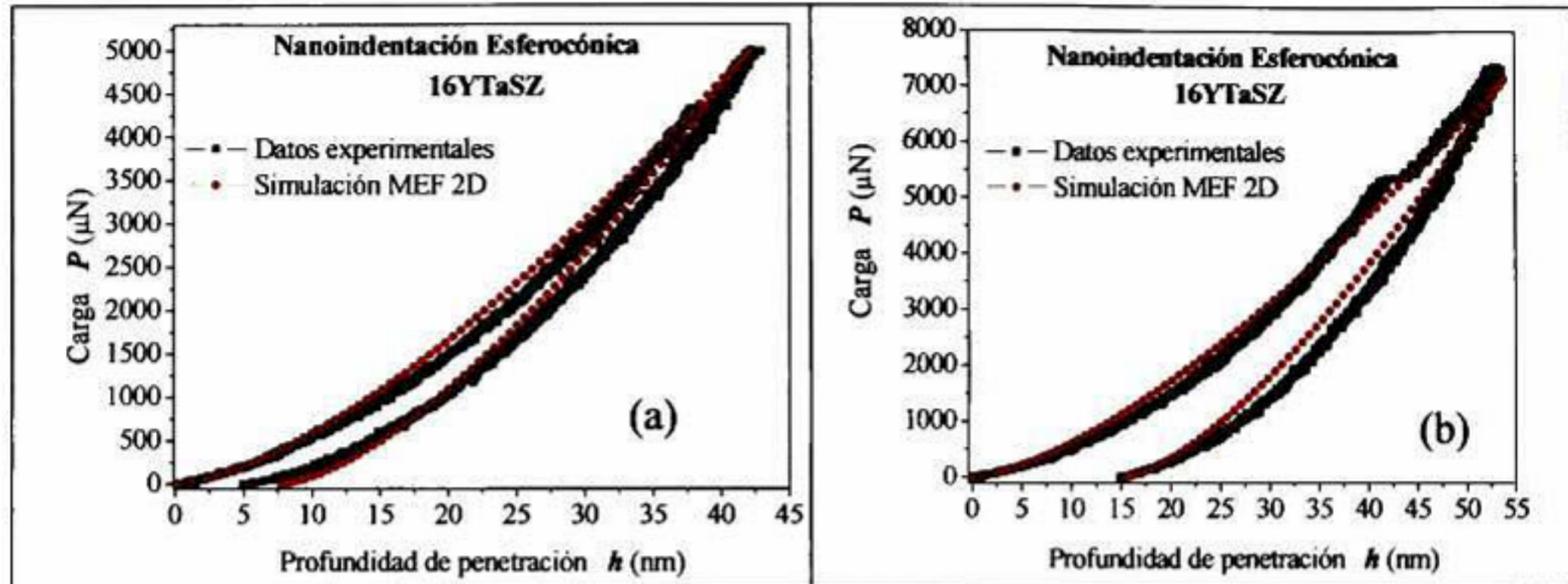
**Tabla 15. Energías plástica y elástica generadas durante el proceso de nanoindentación para los materiales cerámicos base zirconia.**

### 3.2.7.3 Simulación de las curvas $P-h$ de la nanoindentación esferocónica para el material cerámico ferroelástico

En la Figura 87 se puede observar la buena concordancia de los datos de las nanoindentaciones esferocónicas experimentales, con la simulación MEF 2D. Nuevamente el uso del modelo constitutivo esfuerzo-deformación multilíneal aplicado en las simulaciones por MEF 2D se justifica por el estudio de las diferencias obtenidas cuando se realizan las simulaciones de la nanoindentación a cargas bajas (Anexo 7), en donde se presenta el fenómeno de histéresis en la parte de la descarga. El análisis de los resultados de la simulación MEF 2D, ha mostrado que las curvas  $P-h$  pueden ser bien ajustadas con los resultados experimentales, representando el efecto de la histéresis del material que se observa en la parte de la descarga (ver Figura 87a). Para la simulación de la nanoindentación en el material 16YTaSZ con una carga máxima de  $P_{max}=5000\mu N$ , la simulación muestra una desviación de 0.33% respecto a la profundidad de penetración máxima experimental ( $h_{max}$ ). Sin embargo, la variación aumenta hasta un máximo de 5% durante la curva de descarga, que se asocia a las deformaciones no homogéneas durante el proceso de nanoindentación.

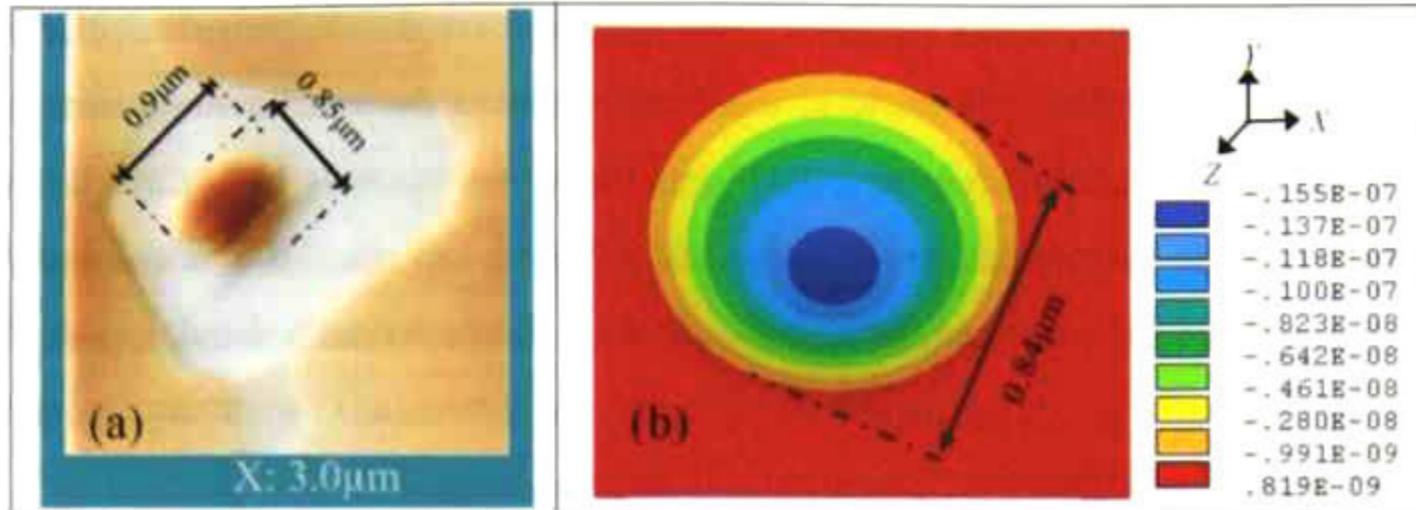
Se encontraron resultados similares para la simulación de la nanoindentación en 16YTaSZ con una carga máxima de  $P_{max}=7400\mu N$  (Anexo 8). La simulación presenta una desviación de 2.14% respecto de los datos  $h_{max}$  experimentales, mientras que la variación aumentó a un máximo de 4% en la curva de carga, debido a que el material libera de forma espontánea la energía almacenada con una penetración adicional a carga constante durante la transición elástica-elastoplástica, como se puede observar en la Figura 87b. La simulación para el material 16YTaSZ en el régimen elastoplástico, se llevó a cabo con el mismo modelo constitutivo y usando los mismos valores de los parámetros encontrados con el análisis de las curvas  $P_m-a/R$  (ver Tabla 14). Y como se mencionó en el caso de las simulaciones de las curvas de nanoindentación Berkovich, el efecto de liberación de energía elástica como una extra-penetración espontánea a carga

constante, puede ser reproducida por las simulaciones MEF solamente como un incremento en la penetración en forma progresiva en ese rango de cargas conforme se va incrementando la fuerza. Y de igual manera una vez rebasada la extra-penetración, la reproducción de la medida experimental tiene de nuevo buena correlación con la simulación MEF 2D.



**Figura 87. Comparación de los datos experimentales para el cerámico ferroelástico 16YTaSZ, con las simulaciones de las nanoindentaciones esféricas con comportamiento (a) ferroelástico y (b) elastoplástico, por simulación MEF 2D.**

En la Figura 88a se muestra la huella residual experimental de la nanoindentación esférica a la carga máxima de  $7400\mu\text{N}$  en el cerámico 16YTaSZ, con un tamaño de imagen de  $3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m}$  obtenida mediante AFM; y la huella obtenida de su respectiva simulación con el modelo MEF 2D en la Figura 87b. Puede verificarse en la Figura 88a, que existen deformaciones con direcciones preferenciales, aparentemente relacionadas con la estructura cristalina que presenta el grano indentado. Teniendo una mayor deformación el diámetro de la huella cuando se mide en la misma dirección de las líneas paralelas de deformación, a comparación del diámetro que se mide de forma perpendicular a las deformaciones influenciadas por la estructura cristalina del material, habiendo una diferencia entre ambos diámetros del 5.55%. En la Figura 88b se esquematizan las magnitudes de las deformaciones verticales residuales. Las claves de colores representan las magnitudes de los desplazamientos verticales en metros, donde el color azul representa la máxima deformación de 15.5nm. En el esquema se muestra que la predicción de la deformación residual de la simulación MEF 2D, tiene una muy buena correlación con la medida experimental. Como se puede observar, el diámetro de la huella residual de la simulación tiene la mayor desviación del 6.7%, respecto al diámetro de la huella experimental de  $0.9\mu\text{m}$  paralela a las deformaciones preferenciales que presenta el grano.

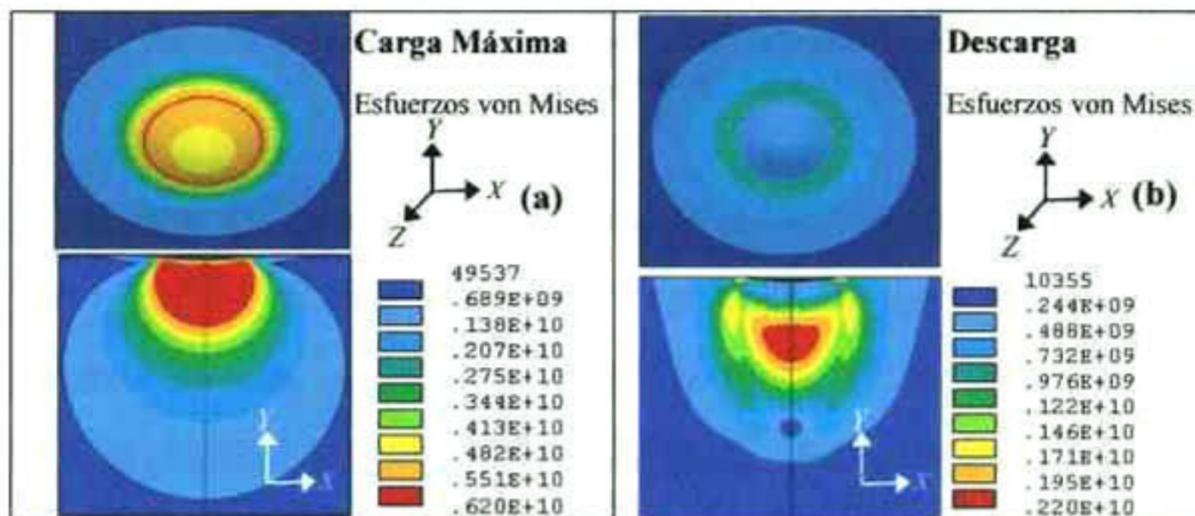


**Figura 88. Comparación de las deformaciones residuales de la nanoindentación esferocónica elastoplástica en el cerámico 16YTaSZ (a) experimental y (b) la obtenida por la simulación MEF 2D.**

Los esfuerzos residuales von Mises en la superficie y debajo del material cerámico 16YTaSZ, se muestran en la Figura 89a y b a la carga máxima de  $7400\mu\text{N}$ , y después de la descarga, respectivamente. En las gráficas, las claves de colores representan las magnitudes de los esfuerzos en Pascales, donde los esfuerzos máximos son representados por el color rojo, y las partes libres de esfuerzos son representadas por el color azul. En las deformaciones máximas se puede observar cómo la máxima magnitud de los esfuerzos se esperan alrededor de los 6GPa, distribuidos en la forma típica de cavidad semiesférica por debajo de la superficie de contacto, fácilmente provocando re-direccionamiento de dominios en el material al exceder el esfuerzo coercitivo de indentación, alcanzando el volumen de deformación un radio de tres veces el radio de contacto  $a=473\text{nm}$ . Y como era de esperarse [100-102], presentándose los esfuerzos máximos a una longitud en la dirección vertical  $Y$  de la mitad del radio de contacto.

Un análisis más detallado muestra un máximo esfuerzo de corte crítico directamente debajo del indentador ( $X=0$ ) a una distancia de la superficie de la muestra cerca de la mitad del radio de contacto ( $a/2$ ). Los resultados obtenidos son consistentes con resultados reportados en la literatura [100,102]. Al alcanzarse la profundidad de penetración máxima,  $h_{max}$ , los campos de esfuerzo muestran las distribuciones de contornos esféricos con un diámetro máximo de  $2.1\mu\text{m}$  por debajo de la superficie del material, teniendo el campo de esfuerzos un volumen de  $4.849\mu\text{m}^3$ . En base al anterior análisis, es de esperar que durante la prueba experimental de nanoindentación, los esfuerzos generados hayan logrado interactuar con los límites de grano cuando se aplicó la carga máxima, las consecuencias de las interacciones se presentan como efectos topográficos en el análisis de las huellas de nanoindentación en la siguiente sección.

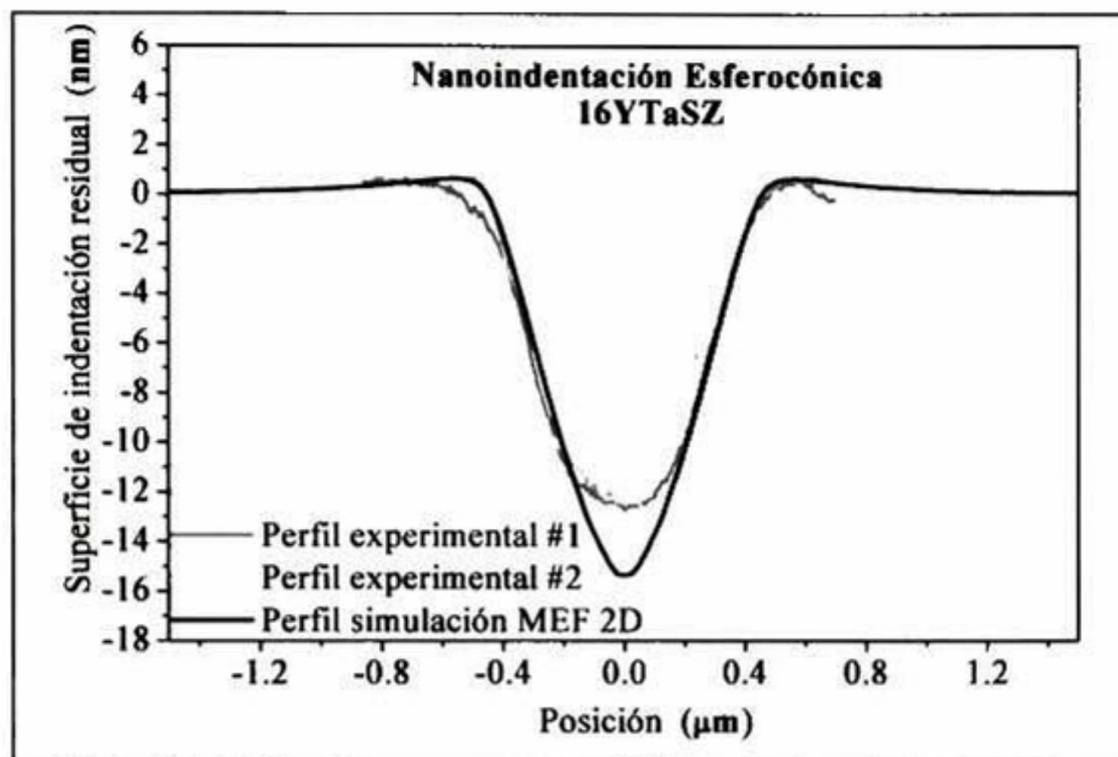
Finalmente las deformaciones residuales muestran esfuerzos máximos de 2.2GPa, los cuales son 32.5% menores respecto al esfuerzo coercitivo de indentación, teniendo un espacio semiesférico de radio igual a  $0.657\mu\text{m}$ , con un volumen de  $1.188\mu\text{m}^3$ . La forma de distribución de los campos de esfuerzos residuales se ven más influenciados por dos factores considerados en la simulación, la evolución del radio del indetador, y la forma de la curva esfuerzo-deformación multilínea implementada para representar el comportamiento ferroelástico y elastoplástico del cerámico.



**Figura 89.** Esfuerzos equivalentes von Mises sobre y por debajo de la superficie del cerámico 16YTaSZ, correspondiente a la simulación de la nanoindentación esferocónica con (a) carga máxima de  $7400\mu\text{N}$  y (b) en la descarga.

Un estudio de las deformaciones residuales experimentales y de la simulación MEF 2D, correspondiente a la nanoindentación esferocónica a la carga máxima de  $7400\mu\text{N}$  en el cerámico 16YTaSZ, se realizó mediante el análisis de perfiles de las superficies del material y del modelo de la simulación numérica presentados en la Figura 90. La gráfica muestra con línea negra el perfil de la superficie del modelo de la simulación, la cual presenta deformaciones axisimétricas, al igual que el perfil #1 representado por la línea gris oscura, la cual corresponde a la medida experimental realizada de forma paralela a las deformaciones influenciadas por la estructura cristalina del material. Donde se puede apreciar una muy buena correlación entre las paredes de la huella de indentación experimental y de la simulación, con una diferencia en la profundidad de penetración residual,  $h_f$ , de tan sólo 3nm entre ambas. El perfil #2, representado por la línea gris clara, corresponde a la medida experimental realizada en forma perpendicular a la dirección de las líneas de deformación que presenta la superficie. La huella en la dirección señalada, no tiene una forma exactamente cónica. Es claro que las deformaciones, en forma de una serie de escalones, disminuyen el espacio entre el eje vertical  $Y$  de la pared de la huella en la sección inferior, y aumenta en la parte superior, aunque ambas en forma paralela a la geometría cónica que presenta la simulación. Por

lo tanto, puede concluirse del anterior análisis que las líneas de deslizamiento tienen influencia en el endurecimiento por deformación en la nanoindentación. Se ha reportado en la literatura para materiales ferroelásticos que presentan paredes de dominios [103], morfologías similares en las deformaciones generadas en ensayos de indentación. Un estudio más detallado referente al fenómeno de deformación presentado se muestra en la siguiente sección.



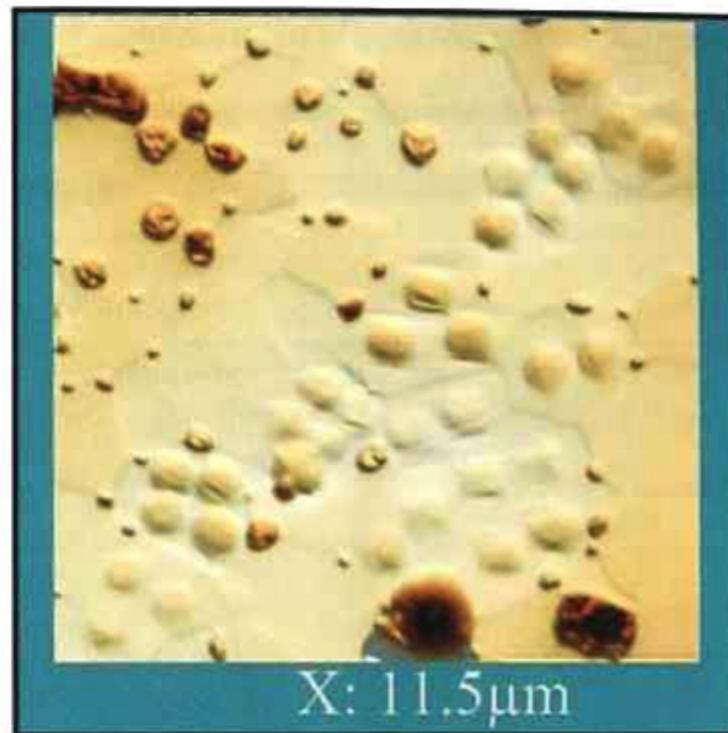
**Figura 90. Análisis de perfiles de las deformaciones residuales de superficie de la muestra experimental (líneas grises) y de la simulación MEF 2D (línea negra), correspondiente a la nanoindentación esférica elasto-plástica en el material 16YTaSZ.**

#### **3.2.7.4 Caracterización de anisotropía por nanoindentación esférica en el material 16YTaSZ**

##### **3.2.7.4.1 Nanoindentación en la muestra cerámica 16YTaSZ**

Se llevó a cabo un análisis más detallado de la caracterización por nanoindentación del cerámico 16YTaSZ, con la finalidad de observar las diferencias que existen en el material, en particular en su comportamiento mecánico dependiendo del tipo de morfologías que se observaron en su superficie. Series de nanoindentaciones se realizaron en el cerámico utilizando la misma carga máxima de  $7500\mu\text{N}$ , clasificando los resultados dependiendo de las diferentes alturas de los granos, como se observó en el análisis mostrado en la Figura 62. En la Figura 91 se puede observar que de los tres tipos de granos, pueden ser claramente identificados tres tipos de defectos, diferenciándolos por las alturas y anchos distintos de las líneas de deslizamiento que se presentaron en la topografía de cada una de sus huellas de nanoindentación. Las

deformaciones características del cerámico 16YTaSZ, se analizaron a detalle mediante micrografías obtenidas por AFM.



**Figura 91. Topografía del cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esferocónicas.**

El comportamiento del cerámico 16YTaSZ durante el proceso de nanoindentación, se mostró claramente influenciado por el tipo de región morfotrópica en donde fue realizada la caracterización. Como se puede apreciar en la Figura 92a, durante el inicio del comportamiento elástico del material, las deformaciones son similares hasta antes de llegar a una carga aplicada de  $600\mu\text{N}$ , y una vez rebasada la carga, se comienzan a apreciar diferencias de comportamiento en las curvas  $P-h$  durante el proceso de nanoindentación entre las medidas hechas en granos con diferentes alturas. Donde los granos de altura media (curvas  $P-h$  color rojo) presentaron más resistencia a la penetración, siendo los granos altos (curvas  $P-h$  color negro) los que tuvieron una mayor disminución en sus propiedades mecánicas, mientras que los granos de altura baja (curvas  $P-h$  color verde) presentaron una respuesta media. La variación en la profundidad de penetración máxima,  $h_{max}$ , que se observa dentro de las series de mediciones hechas en sólo granos altos, fue de  $8\text{nm}$ , para los granos medios de  $5\text{nm}$ , y para los granos bajos de  $7\text{nm}$ , debido en parte a los diferentes tipos de interacción de las deformaciones que sufrió el material durante el proceso de nanoindentación con los límites de granos vecinos, y por las imperfecciones como porosidades cercanas a la zona de nanoindentación. La Figura 92b, muestra el comportamiento de las curvas  $P-h$  representativas para cada tipo de grano donde se realizaron las indentaciones. Claramente se puede observar que aun cuando se presenta menor resistencia a la penetración en los granos altos y bajos, ambos tienen una mejor recuperación a

comparación con los granos medios. Los resultados obtenidos, nos llevan a cuestionar qué tipo de grano tiene mejor respuesta mecánica durante la prueba de nanoindentación, si aquellos que tienen mejor recuperación elástica, o los que presentan mayor resistencia a la penetración. Por lo tanto, se realizaron análisis más detallados de las nanoindentaciones generadas, para observar las diferencias que existen en sus propiedades mecánicas, como se muestra en la siguiente sección.

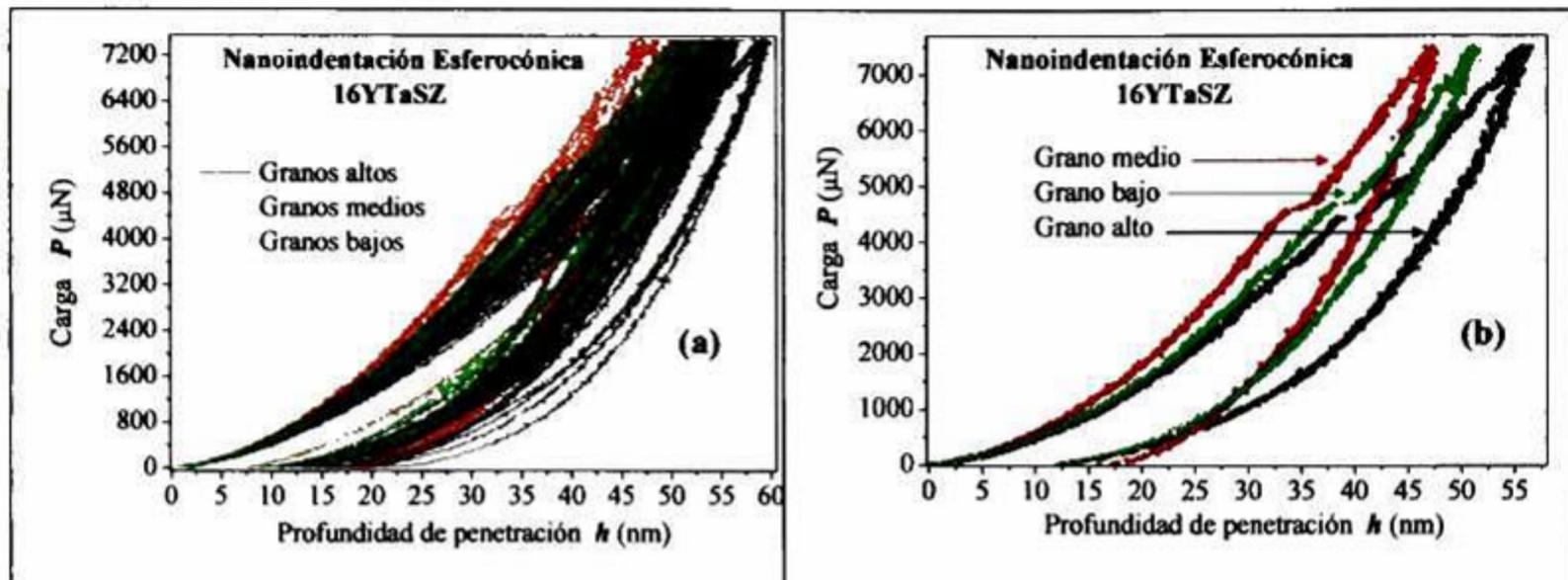


Figura 92. Curvas  $P-h$ , correspondientes a las nanoindentaciones esferocónicas en el cerámico 16YTaSZ, diferenciadas dependiendo del tipo de altura del grano ensayado.

#### 3.2.7.4.2 Análisis de las curvas $P_m-a/R$

Nuevamente para estudiar las propiedades mecánicas del cerámico 16YTaSZ, se calcularon los diferentes módulos de Young y las variaciones en las propiedades elásticas y plásticas, basándonos en el análisis de su comportamiento lineal de sus respectivas curvas  $P_m-a/R$ . Además, se obtuvieron las diferentes energías plásticas,  $W_P$ , y energías elásticas,  $W_E$ , para los tres diferentes tipos de granos considerados en el presente estudio, a través del análisis del proceso de carga y descarga de las curvas  $P-h$ . Mediante la transformación de las curvas  $P-h$  a su forma  $P_m-a/R$ , se estudió la evolución del comportamiento mecánico del material, considerando los diferentes tipos de morfología del cerámico durante el proceso de nanoindentación. La Figura 93a, muestra la transformación de las curvas de nanoindentación  $P-h$  que presentaron el comportamiento promedio de las mediciones hechas en los granos bajos, medios y altos (ver Figura 92b). Con éste análisis, se pudo observar cómo el esfuerzo coercitivo de indentación del material,  $\sigma_{ci}$ , con un valor promedio de 3.26GPa, no varía de forma significativa para los granos bajos y altos. Sin embargo, para el caso de los granos medios, que tienen un esfuerzo coercitivo promedio de 3.48GPa, tuvieron una variación del 50% respecto a su valor máximo calculado. Los valores fueron estimados a partir de las curvas  $P_m-a/R$  que se muestran en de la Figura 93b-d.

Respecto a los esfuerzos de cedencia, los resultados de las medidas realizadas en los granos medios y bajos, por debajo de los esfuerzos donde las curvas  $P_m$ - $a/R$  presentan el efecto de la extra penetración, “pop in”, presentaron valores de  $\sigma_y=5.67$  y  $6.67$  GPa para los granos altos y bajos respectivamente. Mientras que un esfuerzo mayor de  $\sigma_y=7.42$  GPa se calculó para el caso de la nanoindentación realizada en el grano medio. El anterior análisis nos indica que el refuerzo posiblemente debido al efecto ferroelástico, se presenta con mayor intensidad en los granos con altura media permitiendo al material presentar un comportamiento elástico a presiones de indentación más altas. Sin embargo, la capacidad de mejor resistencia a la penetración provoca que mayor parte del material tenga transición al comportamiento elastoplástico, debido a las altas presiones de indentación alcanzadas una vez que todas las regiones involucradas en las deformaciones de indentación han sobrepasado el comportamiento elástico-ferroelástico.

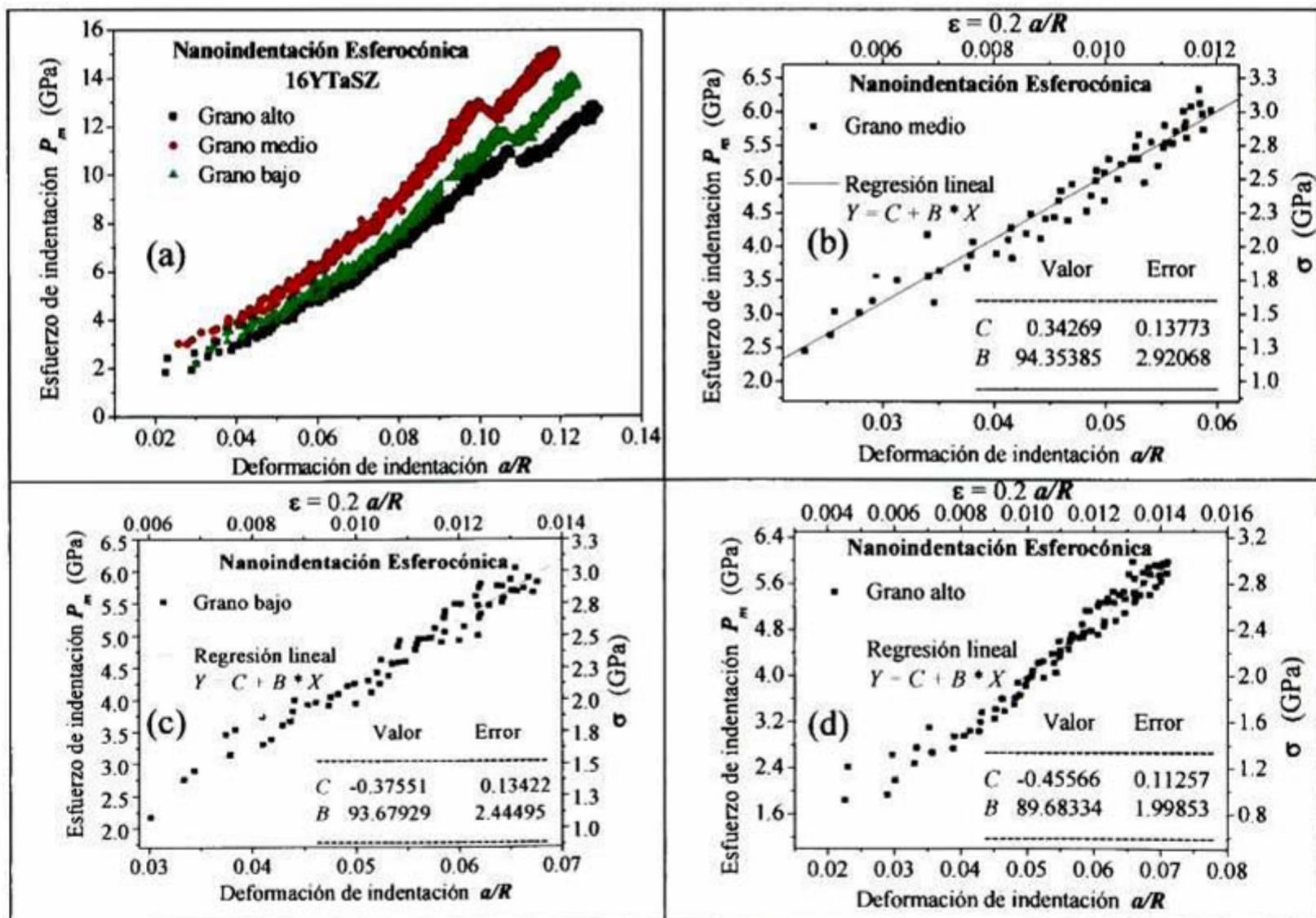


Figura 93. Curvas  $P_m$ - $a/R$  en la muestra 16YTaSZ, diferenciando de alturas de granos altos, medios y bajos, (a) generales, y ajustes lineales para las medidas en los granos (b) altos, (c) medios y (d) bajos.

En la Tabla 16 se resumen los resultados derivados del análisis de las curvas experimentales  $P_m$ - $a/R$ , correspondientes a las nanoindentaciones esferocónicas realizadas en el cerámico 16YTaSZ, diferenciándolas del tipo de grano que fue

indentado. El rango de variación de las propiedades mecánicas reportadas, se calcularon considerando las curvas con comportamientos extremos de  $h_{max}$  máximos y mínimos, alcanzados a la misma carga aplicada de 7500 $\mu$ N.

En el análisis de energías, la mayor razón de energía elástica,  $W_E^*$ , de 64.3% se encontró para el caso de los granos bajos, en comparación con el valor mínimo que presentaron los granos medios de 61.5%, mientras que los granos altos mostraron una razón de 62.5%. Sin embargo, los granos altos presentaron la energía plástica máxima,  $W_P$ , con una diferencia de 20% respecto a los granos bajos y medios. Las variaciones encontradas deben estar asociadas en parte, a las restricciones ejercidas en las deformaciones por el material circundante a la zona de indentación, por ejemplo, una mayor restricción es de esperarse para los granos bajos, ya que no tienen parte del cuerpo del grano expuesto por encima de la superficie de la muestra. Sin embargo, la recuperación elástica se asocia también con la estructura del cristal, como se comenta más adelante, ya que los granos altos que son aquellos con mayor parte expuesta por encima de la superficie de la muestra, también presentan una alta razón de energía elástica.

Grano	$E$ , Módulo de Young (GPa)	$\nu$ , Poisson	$\sigma_a$ , Esfuerzo coercitivo (GPa)	$\sigma_y$ , Esfuerzo de cedencia (GPa)	$W_P$ , Energía plástica (nJ)	$W_E$ , Energía elástica (nJ)	$W_P$ , Energía plástica <i>pop-in</i> (nJ)
Alto	244.19 $\pm$ 14.85	0.25	3.26 $\pm$ 0.39	5.67 $\pm$ 0.2	0.06	0.1	0.004
Medio	354.64 $\pm$ 11.76	0.25	3.48 $\pm$ 1.75	7.42 $\pm$ 0.27	0.05	0.08	0.004
Bajo	279.79 $\pm$ 17.96	0.25	3.26 $\pm$ 0.53	6.67 $\pm$ 0.1	0.05	0.09	0.004

**Tabla 16. Parámetros y propiedades mecánicas derivadas del análisis de las curvas experimentales  $P_m$ - $a/R$ , correspondientes a la nanoindentaciones esferocónicas realizadas en el material 16YTaSZ, considerando los granos altos, medios y bajos.**

Los valores determinados con el anterior análisis, se pueden correlacionar con las diferentes orientaciones de los granos del cerámico 16YTaSZ policristalino. La correlación se lleva a cabo a través del análisis de las complianzas elásticas,  $C_{ij}$ , así como de las constantes de rigidez,  $S_{ij}$ , haciendo uso de las relaciones bien establecidas para el cálculo de los módulos elásticos,  $E_{ijk}$ , a lo largo de las direcciones  $ijk$  [98]. Donde  $E_{ijk}$  está relacionado con los valores de  $S_{ij}$  y los vectores unitarios  $l_i$ ,  $l_j$  y  $l_k$  de las direcciones del cristal de la siguiente manera:

$$\frac{1}{E_{ijk}} = S_{11} - 2 \left( S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2} S_{44} \right) \times (l_i^2 l_j^2 + l_j^2 l_k^2 + l_k^2 l_i^2) \quad 107$$

Así como, las constantes de rigidez  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  y  $S_{44}$ , se pueden relacionar con las complianzas elásticas  $C_{11}$ ,  $C_{12}$ , y  $C_{44}$  del material, como lo muestran las siguientes ecuaciones:

$$S_{11} = \frac{-(C_{11} + C_{12})}{(C_{11} + 2C_{12})(C_{12} - C_{11})} \quad 108$$

$$S_{12} = \frac{C_{12}}{(C_{11} + 2C_{12})(C_{12} - C_{11})} \quad 109$$

$$S_{44} = \frac{1}{C_{44}} \quad 110$$

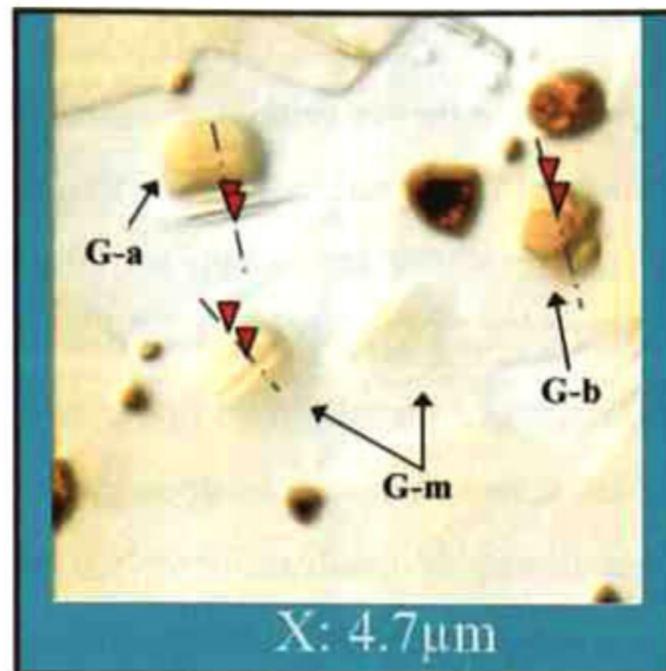
Valores de  $C_{11}=400.5\text{GPa}$ ,  $C_{12}=57.9\text{GPa}$ , y  $C_{44}=105.5\text{GPa}$  han sido reportados en la literatura para el cerámico YSZ,  $\text{ZrO}_2$  dopado con 10 mol%  $\text{Y}_2\text{O}_3$  [98].

Por lo tanto, los valores teóricos de los módulos de Young obtenidos mediante la ecuación 107, fueron de 262.86, 285.57 y 385.87GPa, para las orientaciones cristalinas (111), (110) y (100), respectivamente. Como se mencionó anteriormente, el comportamiento de la muestra durante el proceso de nanoindentación ha mostrado claras diferencias, aparentemente en función de la orientación del grano donde se hizo la caracterización. De hecho, los valores experimentales resumidos en la Tabla 16, indican de forma consistente que se puede interpretar como un grano con dirección cristalina (100) aquel que presenta el valor más alto de módulo de Young, o con una dirección (111) al grano con el menor valor de módulo elástico. Es decir, se puede deducir que los granos medios presentan una dirección cristalina de (100), los granos bajos una dirección de (110), y los granos altos una dirección (111). Del mismo modo, estudios similares reportaron diferencias en sus comportamientos mecánicos mediante nanoindentaciones piramidales en materiales YSZ policristalinos [98,104].

#### **3.2.7.4.3 Análisis de los efectos topográficos en las deformaciones de las nanoindentaciones esferocónicas por micrografía AFM**

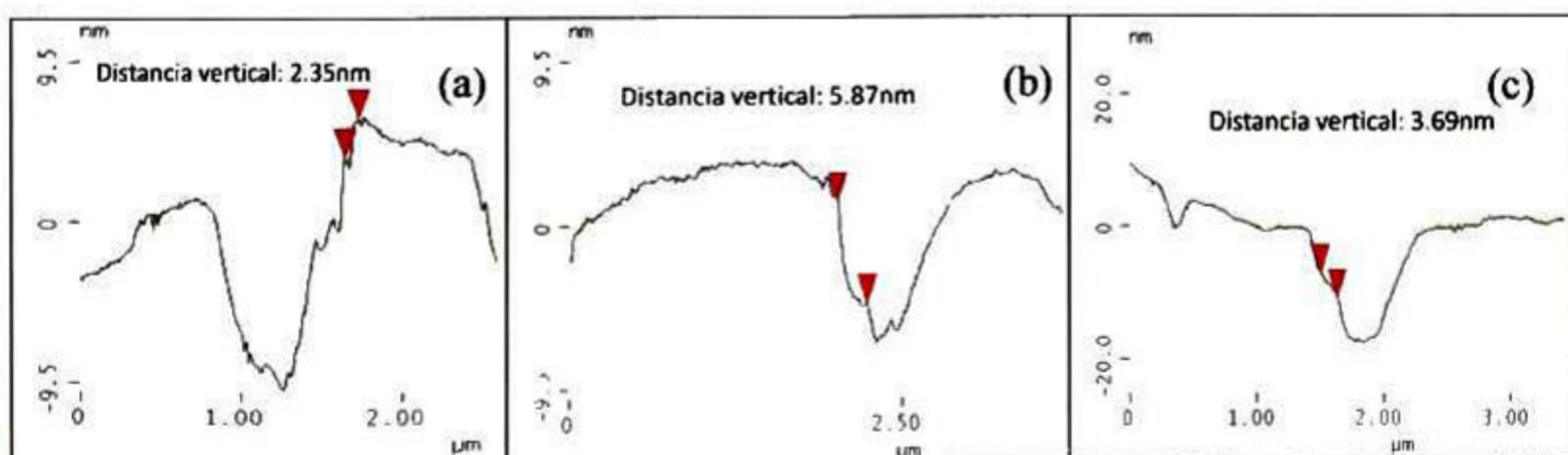
Con la finalidad de estudiar a detalle la fenomenología que afecta el proceso de deformación generada durante las nanoindentaciones esferocónicas en el cerámico 16YTaSZ, se analizaron las huellas residuales mediante micrografías obtenidas por AFM en el modo de contacto. En la Figura 94, se muestran las diferencias que existen entre las deformaciones que se sufre el material cerámico al hacer indentaciones esferocónicas en un: grano alto señalado en la imagen como **G-a**, grano de altura media **G-m**, y un grano de altura baja **G-b**. Tres tipos de defectos pueden ser claramente

identificados por sus anchos distintos y mediciones topográficas, entre las diferencias que se presentan entre el grano alto y el grano medio, se puede destacar el espaciamiento entre las líneas paralelas de deformación.



**Figura 94.** Topografía del cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esferocónicas, en un grano alto, medio y bajo.

Los análisis de las secciones transversales marcadas por las líneas grises en la Figura 95, revelaron valores de espaciamientos entre las líneas de deformación de  $102.7\text{nm} \pm 8.3\text{nm}$  para el caso del grano alto, con una distancia vertical de  $3.35\text{nm} \pm 1.42\text{nm}$ , como se muestra en la Figura 95a; y un mayor espacio entre las líneas de deformación de  $229.2\text{nm} \pm 52.7\text{nm}$  se midieron en el grano medio, con una distancia vertical de  $4.71\text{nm} \pm 1.79\text{nm}$ , como se observa en la Figura 95b. Mientras que las deformaciones que se presentaron en el grano bajo, no mostraron un arreglo de líneas de deformación, si no una especie de penetración por capas con una distancia vertical de  $7.9\text{nm} \pm 3.1\text{nm}$ , ver Figura 95c.



**Figura 95.** Análisis de las secciones transversales de las nanoindentaciones esferocónicas en el material 16YTaSZ, para un grano (a) alto, (b) medio y (c) bajo.

En general, en las huellas residuales por nanoindentación esferocónica se encontraron deformaciones con arreglos muy característicos y bien definidos, aparentemente

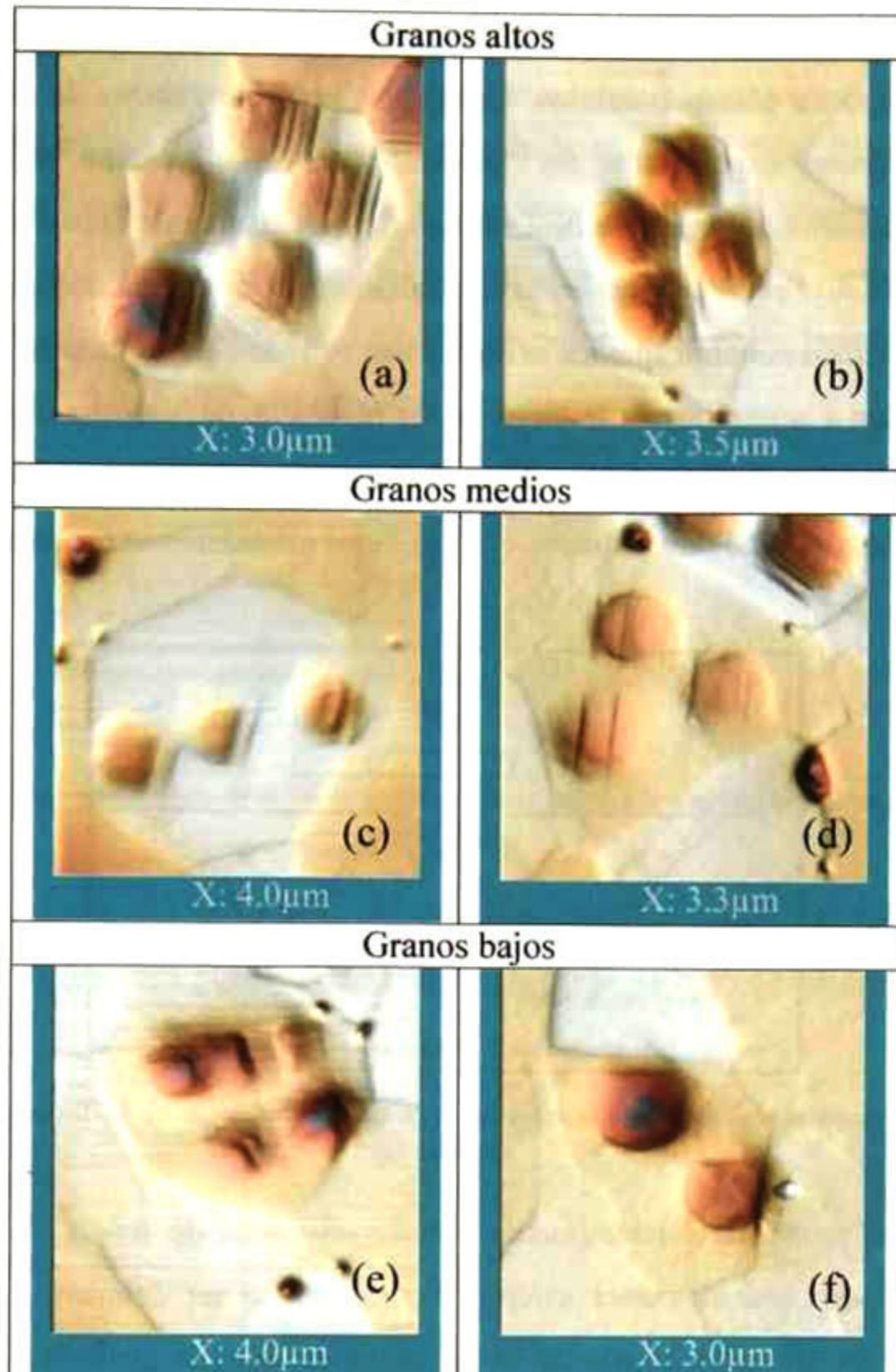
influenciadas por las direcciones cristalográficas que presentan los granos del material cerámicos ferroelásticos [28], con microestructuras en forma de colonias alineadas paralelamente como se observa en la Figura 16.

Se realizó un análisis de superficie a mayor número de granos indentados, con el fin de corroborar el patrón de deformaciones preferenciales como se estableció en el estudio previo. En la Figura 96a-b se muestran las deformaciones de las nanoindentaciones hechas en granos considerados como altos, en las deformaciones generadas, se pueden apreciar las líneas de deformación que presentan un fino espaciado.

Es importante destacar que las nanoindentaciones de la parte inferior de la Figura 96a, se ven influenciadas por las líneas de deslizamiento que corresponden a los granos vecinos que se encuentra a un lado y por debajo del grano analizado. Lo anterior debido a que los esfuerzos y deformaciones interactúan con los límites de los granos vecinos cuando se aplica la carga máxima, tal como fue predicho por las nuestras simulaciones MEF.

Las observaciones experimentales confirman que las líneas de deslizamiento pueden moverse a través del cristal a grandes distancias, como se ha propuesto en la literatura [105], y revela que la migración no es significativamente detenida por el cambio de las superficies de los granos. Resultados similares también se obtuvieron en el análisis de las deformaciones para el caso de las indentaciones en los granos de altura media como se observa en la Figura 96c y d, donde el espacio entre las líneas de deformación preferenciales aumenta respecto a las de los granos altos.

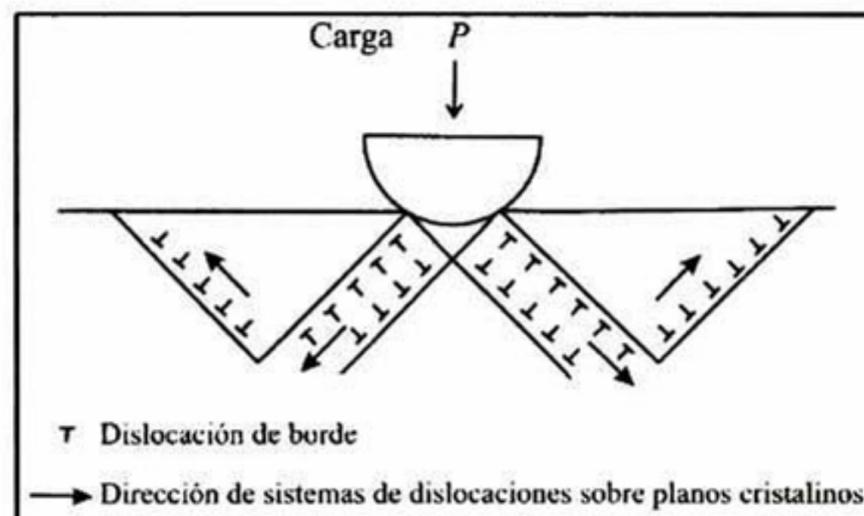
Y finalmente, las indentaciones en los granos bajos no presentaron líneas de deformación preferenciales, solamente cambios súbitos en las profundidades de las paredes de la huella de indentación como se muestra en la Figura 96e y f.



**Figura 96.** Topografía del material cerámico 16YTaSZ con las nanoindentaciones esféricas, en (a-b) granos altos, (c-d) granos medios y (e-f) granos bajos.

Las líneas de deformación que se presentaron en las huellas residuales, pueden ser entendidas como deslizamientos o de desplazamientos sucesivos de un plano de átomos sobre otra en una determinada dirección. Donde la generación de un defecto en la red cristalina puede iniciar un movimiento en un plano de deslizamiento, dependiendo del esfuerzo cortante característico necesario. Los sistemas de líneas de deslizamiento se despliegan como una serie de planos paralelos, cuando el esfuerzo de compresión alcanza un valor crítico asociado al esfuerzo cortante mínimo necesario para iniciar el deslizamiento. El anterior argumento es propuesto en base a la correlación puramente geométrica del plano y la dirección de deslizamiento [105].

Evidentemente, como un resultado de la fuerza aplicada, los cristales han sido cizallados en cierto número de planos paralelos. Cuando se presentan líneas de deformación, se dice que el cristal experimenta un “deslizamiento”, las marcas visibles sobre la superficie se denominan líneas de deslizamiento, o huellas de deslizamiento, y el plano cristalográfico sobre el cual ha ocurrido el cizallado se llama plano de deslizamiento. De lo anterior podemos concluir que los cristales han sufrido deslizamientos, y los defectos de la red tienden a acumularse a lo largo de los planos de deslizamiento. A los defectos generados se les denominan dislocaciones. Un esquema representativo del proceso de migración de las dislocaciones a través de los planos cristalinos se presenta en Figura 97 [103].



**Figura 97. Diagrama esquemático de la migración de las dislocaciones en la dirección de los planos cristalinos.**

Las diferencias entre los espaciamentos de los sistemas de líneas de deslizamiento encontrados en las indentaciones esferocónicas, pueden ser debido a que los planos cristalinos de los diferentes granos del cerámico se encuentran inclinados con diferentes ángulos, y por lo tanto, a su diferente densidad de empaquetamiento como se discutirá más adelante.

Precisamente, la dirección de los planos de deslizamiento depende de las direcciones del esfuerzo máximo aplicado y del tipo de plano con más probabilidades de deslizamiento, por lo general asociados a los planos con la mayor densidad de empaquetamiento, ya que deslizarse por un plano con alta densidad es fácil debido a que los enlaces se rompen y se crean nuevos con mayor frecuencia durante el deslizamiento en un plano con empaquetamiento denso. [105]

El factor de empaquetamiento planar,  $FEP$ , de una celda cristalina, se puede expresar en función del área de los átomos en contacto con el plano cristalino de la celda unitaria,  $A_{\text{átomos}}$ , y del área del plano ocupado en la celda unitaria,  $A_{\text{plano}}$ , [106] como se indica en la siguiente ecuación:

$$FEP = \frac{A_{\text{atomo}}}{A_{\text{plano}}}$$

En la Figura 98 se muestra la celda unitaria de la fase tetragonal (t') de la zirconia 16YTaSZ, la cual posee una estructura de fluorita [107], con cationes de  $O^{2-}$  con un radio iónico de  $R_{\text{iónico}}=1.32\text{\AA}$  mostrados en color rojos, iones de  $Y^{3+}$  con  $R_{\text{iónico}}=0.89\text{\AA}$  de color azul, iones de  $Zr^{4+}$  con  $R_{\text{iónico}}=0.79\text{\AA}$  de color verde, y los iones más pequeños de  $Ta^{5+}$  con  $R_{\text{iónico}}=0.68\text{\AA}$  de color púrpura.

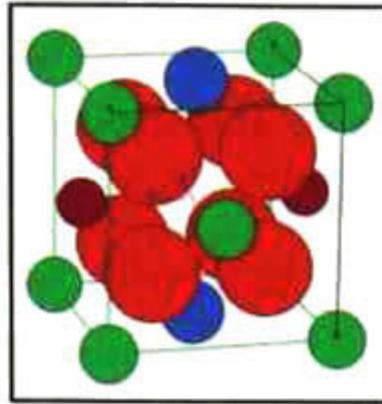


Figura 98. Vista isométrica de la celda unitaria de la estructura cristalina para el cerámico 16YTaSZ.

Para la celda unitaria del 16YTaSZ, fueron calculados los siguientes valores de *FEP*: 0.15, 0.69 y 0.17 para los planos cristalográficos (111), (110) y (100), respectivamente (ver Figura 99).

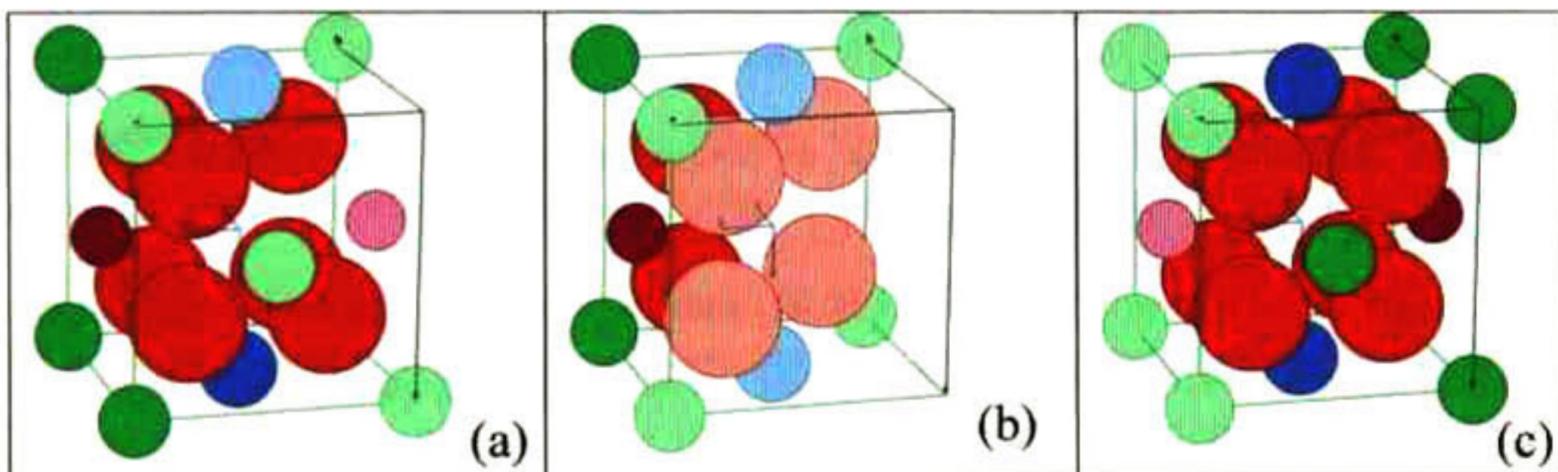


Figura 99. Cortes de la celda unitaria para el 16YTaSZ en los planos (a) (111), (b) (110), y (c) (100).

Como resultado, considerando la diferencia de los módulos de Young entre los granos altos y bajos, se pueden correlacionar con los valores mínimo y máximo de *FEP*, respectivamente. Lo anterior nos lleva a comprender el porqué de la obtención de mayores elevaciones de superficie en los granos con un valor mínimo de *FEP*, y las elevaciones más bajas en los granos con el valor máximo de *FEP*, ya que una mejor condición para la generación de los fenómenos de líneas de deformación se espera en los granos con un mayor *FEP*, permitiendo la relajación de los esfuerzos a lo largo de los sistemas de deslizamiento más favorablemente alineados para el caso de los granos bajos. El anterior análisis se basa en que la energía de deformación asociada con una

dislocación es en función del tamaño de su vector Burgers, y varía directamente con el cuadrado de su magnitud como se muestra en la siguiente ecuación 91.

Finalmente, las dislocaciones en la familia de planos  $\{110\}_{90^\circ}$  no generan líneas de deslizamiento sobre la superficie de indentación [103]. Permaneciendo los vectores tipo Burgers paralelos a la superficie durante todo el evento, por lo tanto, las líneas de la deformación no pueden ser registradas con el escaneo por AFM (ver Figura 96e y f). Lo anterior se ejemplifica en el esquema de la familia de planos  $\{110\}_{45^\circ}$  y  $\{110\}_{90^\circ}$ , donde los componentes de las dislocaciones de borde y helicoidales se señalan como  $e$  y  $s$ , como se muestra en la Figura 100a y b, respectivamente.

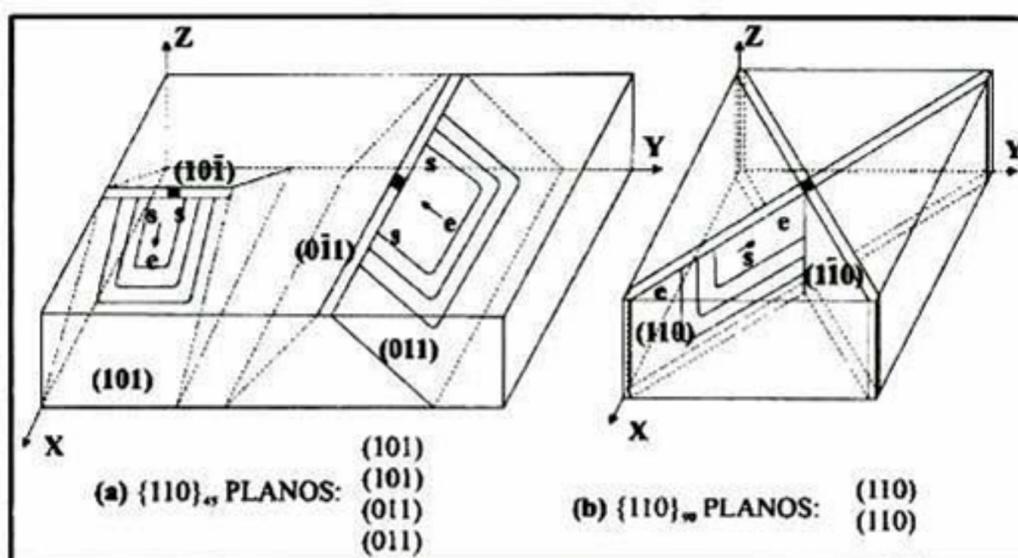


Figura 100. Diagrama esquemático de las dislocaciones en las familias de planos (a)  $\{110\}_{45^\circ}$  y (b)  $\{110\}_{90^\circ}$ .

Modelos más avanzados para explicar el comportamiento de los vectores Burgers pueden encontrarse en la literatura [87,103,105].

Resultados citados en la literatura [29,30,41] indican que la mejora de las propiedades mecánicas, como la resistencia a la fractura, de algunos materiales de zirconia no es coherente asociarla sólo con el endurecimiento por transformación de fase, o por incompatibilidades de las fronteras de granos requiriendo el proceso de deformación mayor energía para que continúe el deslizamiento del material mediante las dislocaciones. Por lo tanto, el reforzamiento debe surgir de algún otro fenómeno, por lo que se propone que el efecto de incremento en la rigidez, observado en las curvas  $P_m - a/R$  en las muestras con fase ( $t'$ ), puede ser explicado al asociarse al proceso de re-direccionamiento de dominios.

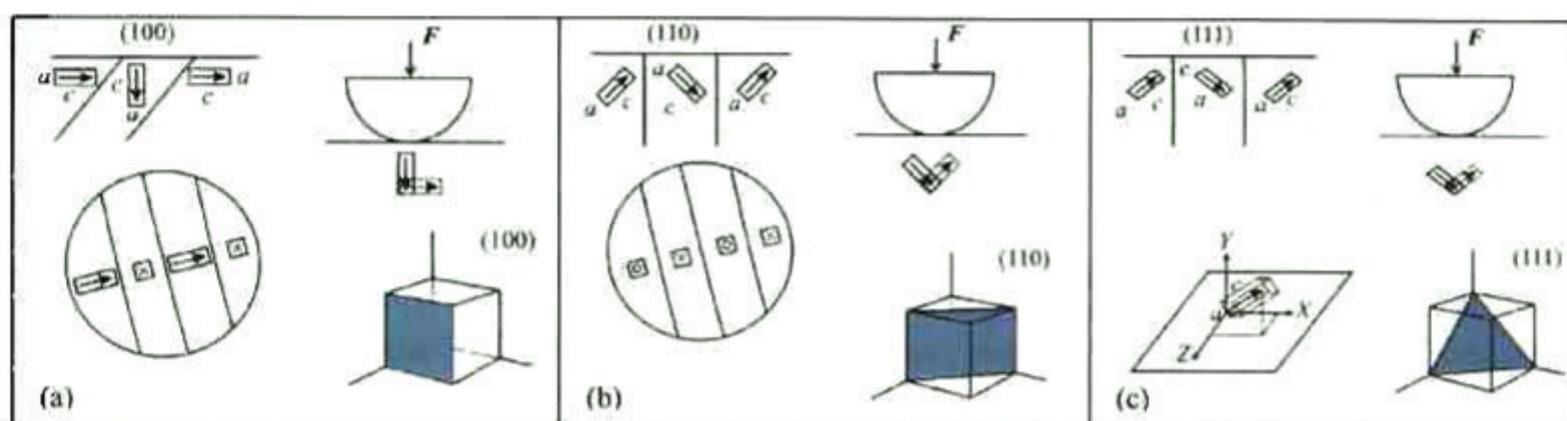
En particular, las dislocaciones son probablemente empujadas hacia la superficie por cada colonia de dominios sometidos a una re-orientación ferroelástica. En cambio, la forma de la colonia es alargada perpendicular al eje de la tensión como se analizó en la Figura 88. La re-orientación de colonias ferroelásticas de los materiales cerámicos con

fase ( $t'$ ) y no otros, son el resultado de esfuerzos cortantes concentrados en las interfaces entre las paredes de las colonias que requieren de una nueva forma de intersección entre los enlaces de las dislocaciones en desajuste. La forma de desviación en las direcciones de la estructura cristalina de los granos, representa una clara diferencia entre la re-orientación del dominio ferroelástico y la clásica reacción martensítica  $t \rightarrow m$ ; donde en la reacción martensítica, la poca simetría en las deformaciones, producto de las diferentes fases presentes en el material, permite a las deformaciones angulares, asociadas con la transformación, que puedan alojarse por enlaces interiores [108].

Estudios presentando defectos topográficos asociados a los dominios ferroelásticos se han reportado para materiales policristalinos [41,87,103,109], donde la re-orientación de los dominios ferroelásticos es inducida por el esfuerzo aplicado externamente sobre la superficie de las muestras policristalinas mediante nanoindentaciones esferocónicas. Además, ensayos mecánicos han presentado pruebas convincentes de la formación de arreglos topográficos similares a los que en el presente trabajo se reportan, asociados al proceso de ferroelasticidad, en una zona del material sometida a compresión macroscópica [41], y alrededor de la zona de una grieta formada por microindentación, en ambos casos para determinar la viabilidad del fenómeno ferroelástico como responsable del mecanismo de reforzamiento de la respuesta mecánica del material, en particular incrementando la tenacidad a la fractura en el cerámico de zirconia YSZ con fase tetragonal ( $t'$ ) [30].

En la Figura 101 se muestran los esquemas de los modelos propuestos en el presente estudio para explicar el mecanismo de reforzamiento de las propiedades mecánicas debido al fenómeno de ferroelasticidad en el material 16YSZ. Para el caso de los granos que presentan una dirección cristalina (100), el reforzamiento es mayor gracias a que su estructura cristalina contiene celdas unitarias tetragonales orientadas en la misma dirección que la fuerza  $F$  aplicada en el ensayo de nanoindentación, como se esquematiza en la Figura 101a. El efecto descrito tiene como consecuencia, que una mayor cantidad de energía sea absorbida por las deformaciones asociadas al re-direccionamiento de dominios en la dirección perpendicular a  $F$ . Sin embargo, el re-direccionamiento de los dominios se ve restringido por las celdas vecinas que se encuentran orientadas en la dirección perpendicular a la fuerza aplicada, que a su vez también están sometidas a esfuerzos de compresión, poniendo resistencia a la re-

orientación de las celdas durante la deformación ferroelástica. Por lo tanto, el aumento en el “empaquetamiento” de celdas tetragonales perpendicular a la dirección de la carga ocasiona el aumento de la rigidez de contacto durante el proceso de nanoindentación. Mientras que para el caso de los granos con orientaciones (110) y (111), el efecto de reforzamiento se ve disminuido, ya que los dominios se encuentran orientados en diferentes direcciones a la de la carga aplicada, como se esquematiza en la Figura 101b y c. Por lo tanto, la dirección cristalina afecta de forma determinante las deformaciones asociadas al re-direccionamiento de los dominios, ya que la re-orientación de las celdas contenidas en los planos (110) y (111) se lleva a cabo en direcciones con menor restricción de movimiento. Como consecuencia, existe una menor contribución en el aumento de la rigidez de contacto.

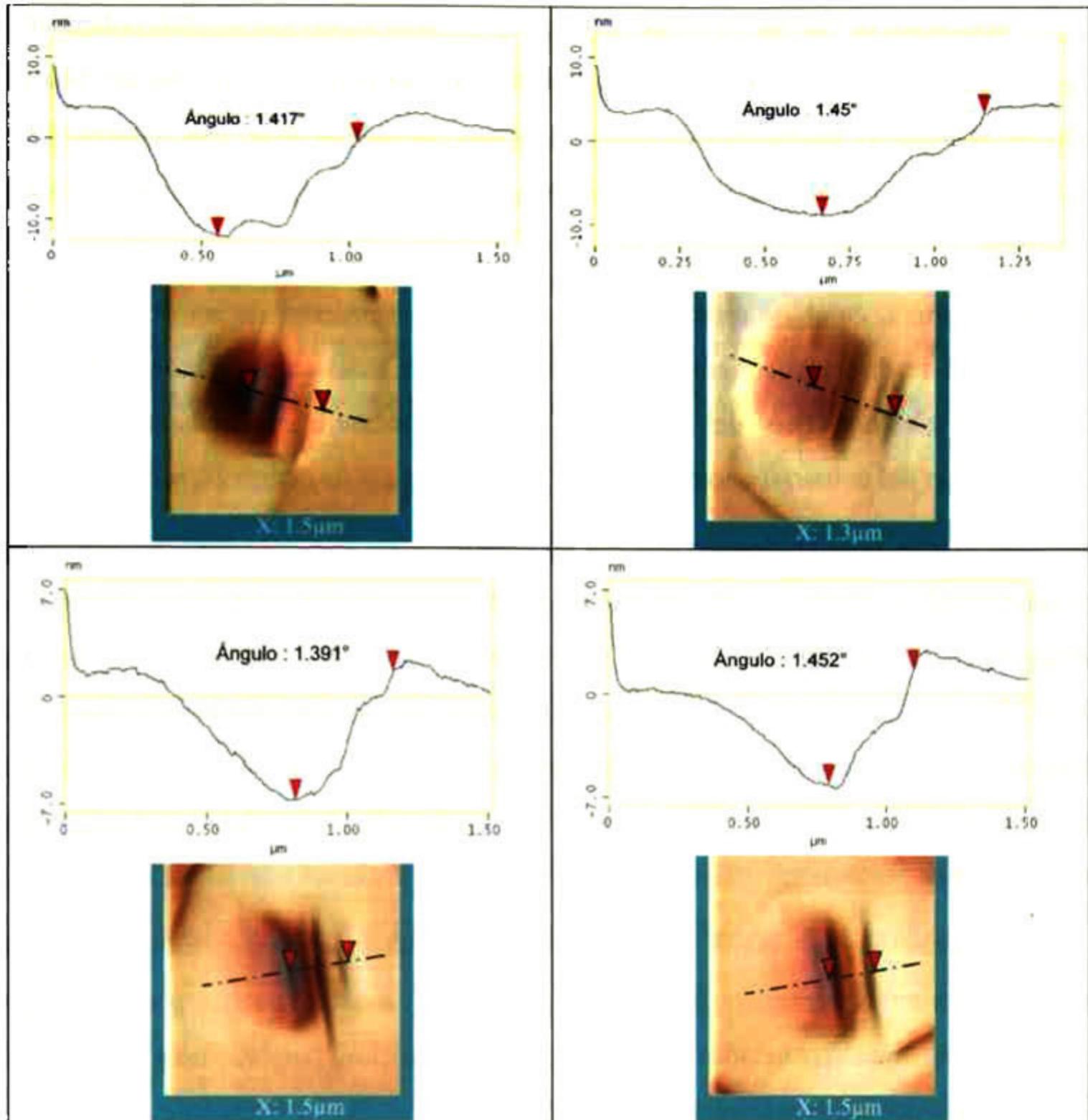


**Figura 101. Modelos de reforzamiento mecánico debido al fenómeno de ferroelasticidad en el cerámico 16YSZ con dirección cristalina (a) (100), (b) (110) y (c) (111).**

Finalmente, es posible relacionar la geometría de las deformaciones que se generaron en el cerámico 16YSZ, con su estructura cristalina, mediante el cálculo del ángulo que se espera presenten las paredes de las huellas residuales generadas con las nanoindentaciones esferocónicas, el cual puede ser estimado por medio de la ecuación 70. El significado de la relación entre la tetragonalidad de la estructura cristalina y el ángulo de inclinación de la superficie deformada es expresado físicamente en la Figura 13. Utilizando la relación de los parámetros de red para el material 16YSZ reportado en la Tabla 12, se derivada entonces la tetragonalidad del material ( $\bar{c}/\bar{a}$ ), por lo tanto tenemos que:

$$\alpha' = 2 \arctan(1.0246) - 90^\circ = 1.4^\circ$$

Posteriormente, las deformaciones de las nanoindentaciones esferocónicas en la muestra cerámica 16YTazSZ, se analizaron mediante las micrografías obtenidas por AFM (ver Figura 102), midiendo el ángulo formado entre al eje horizontal y la superficie deformada, considerando la pared de la indentación donde se exteriorizaron los sistemas de líneas de deslizamiento preferenciales de la estructura cristalina.



**Figura 102. Análisis de las secciones transversales de las nanoindentaciones esferocónicas en el material 16YTaSZ, para estimación de ángulo de deformación.**

En el análisis de las secciones transversales de las huellas residuales, se comprobó que el ángulo teórico esperado en las deformaciones generadas en el cerámico 16YTaSZ, tienen una muy buena correlación con las medidas obtenidas experimentalmente, cuyo valor fue de  $1.423^{\circ} \pm 0.03^{\circ}$ .

### 3.2.8 Conclusiones preliminares

Se obtuvo una exitosa caracterización de las propiedades mecánicas utilizando dos geometrías de indentadores en las pruebas de nanoindentación a cargas variables: módulo de elasticidad,  $E$ , esfuerzo cedencia,  $\sigma_y$ , y esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , provenientes de volúmenes homogéneos (dominios) en los materiales ferroelásticos de base zirconia. La determinación de las propiedades elastoplásticas se

realizó aplicando la técnica de transformación y análisis de las curvas  $P-h$ , a las curvas  $P_m-a/R$ . En el caso de la cuantificación del módulo elástico, se logró obtener una alta reproducibilidad de los valores esperados a bajas profundidades de penetración, donde no se presentó una extra-deformación debido al fenómeno de re-direccionamientos de dominios.

De igual manera, cambios reproducibles en el comportamiento de las curvas  $P_m-a/R$ , asociados al re-direccionamiento de dominios y a la transición del comportamiento elástico al elastoplástico del material, fueron detectados y analizados para la determinación del esfuerzo coercitivo de indentación,  $\sigma_{ci}$ , y de cedencia,  $\sigma_y$ .

Los valores de las propiedades mecánicas obtenidos mediante la caracterización por nanoindentación, fueron aplicados en un modelo constitutivo esfuerzo-deformación, análogo a la ley constitutiva de Baither, y posteriormente implementados en modelos 2D y 3D MEF para simular el efecto ferroelástico durante las nanoindentaciones tipo Berkovich y esferocónicas en el material de nuestro interés 16YTaSZ. Como resultado, mediante las simulaciones se obtuvo una buena predicción de los datos experimentales, tanto en el comportamiento elástico como en el elastoplástico.

La caracterización por AFM de las huellas residuales de las nanoindentaciones esferocónicas en el cerámico 16YTaSZ, nos permitió mostrar que es posible generar líneas de deformación asociadas a fenómenos de dislocación, con morfologías asociadas al tipo de orientación cristalina del grano indentado.

### 3.3 Nanoindentación tipo Cube Corner en cerámico BaTiO<sub>3</sub>

La caracterización mediante ensayos de nanoindentación en el cerámico BaTiO<sub>3</sub>, para analizar sus propiedades mecánicas considerando la anisotropía proveniente de los dominios homogéneos, fue reportada en la tesis de doctorado de Abel Hurtado. [59]

#### 3.3.1 Caracterización y calibración del indentador

Se llevó a cabo la caracterización de la geometría de la punta Cube Corner, utilizada para las pruebas de nanoindentación en los dominios del cerámicos BaTiO<sub>3</sub>.

##### 3.3.1.1 Método convencional por nanoindentación

La caracterización de la geometría del nanoindentador Cube Corner, centrándose principalmente en el radio de punta, además de complianza y la función de área, se llevaron a cabo posterior a la calibración del sistema de nanoindentación Hysitron, utilizando el material estándar de sílice fundida. Un conjunto de nanoindentaciones a cargas variables se llevaron a cabo para determinar el área de contacto en función de la profundidad de penetración de contacto,  $h_c$ . Además, suponiendo un contacto esférico para cada indentación a bajas profundidades de penetración, el área de contacto,  $A_c$ , fue ajustada utilizando la ecuación 100, como lo muestra la Figura 103.

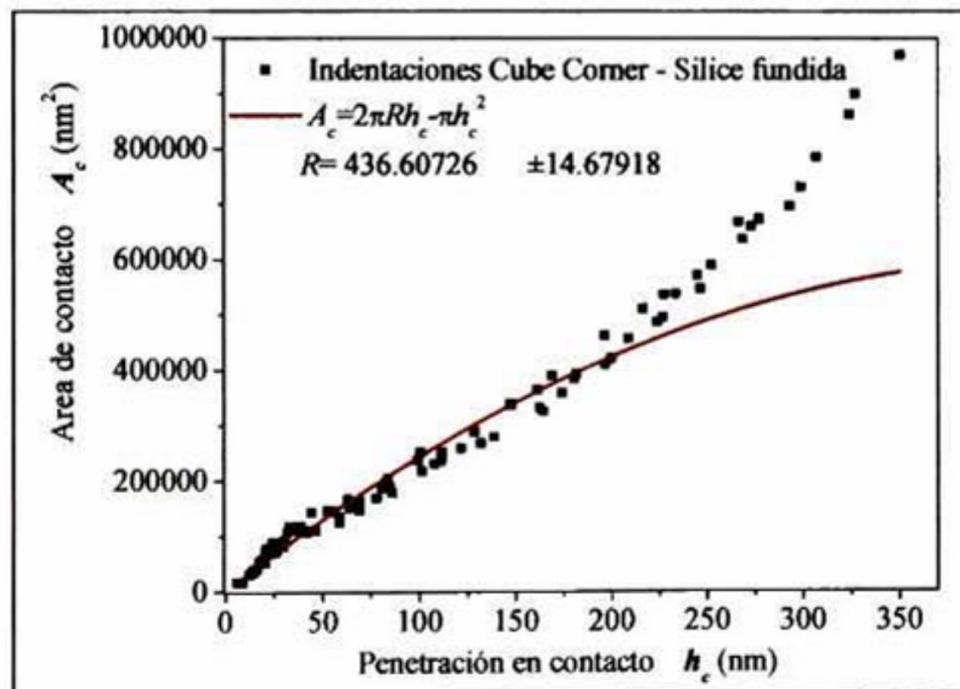


Figura 103. Función de área de contacto experimentales para el indentador Cube Corner (cuadros), comparada con el ajustes analítico a bajas penetraciones usando la ecuación 100 (línea roja).

El valor promedio de radio de curvatura del indentador determinado mediante la aproximación no lineal usando la ecuación 100 fue de  $R=424.3\pm 7.858\text{nm}$ , analizando medidas experimentales de  $A_c-h_c$  llevadas a cabo a cargas de  $P=50\mu\text{N}$  a  $P= 8989\mu\text{N}$ .

### 3.3.1.2 Análisis de micrografías AFM

Las micrografías con vistas isométrica y superior del indentador Cube Corner mostradas en las Figura 57a y b, respectivamente, fueron obtenidas mediante AFM en modo de contacto. Las imágenes conseguidas, con un tamaño de escaneo de  $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ , muestran claramente el desgaste del indentador debido al proceso normal de su uso. Una vez más, su achatamiento fue representado geoméricamente mediante redondeos entre las aristas de la punta piramidal. Para el indentador Cube Corner, su desgaste se pudo representar con un valor de radio de desgaste de  $R_d=733\text{nm}$ .

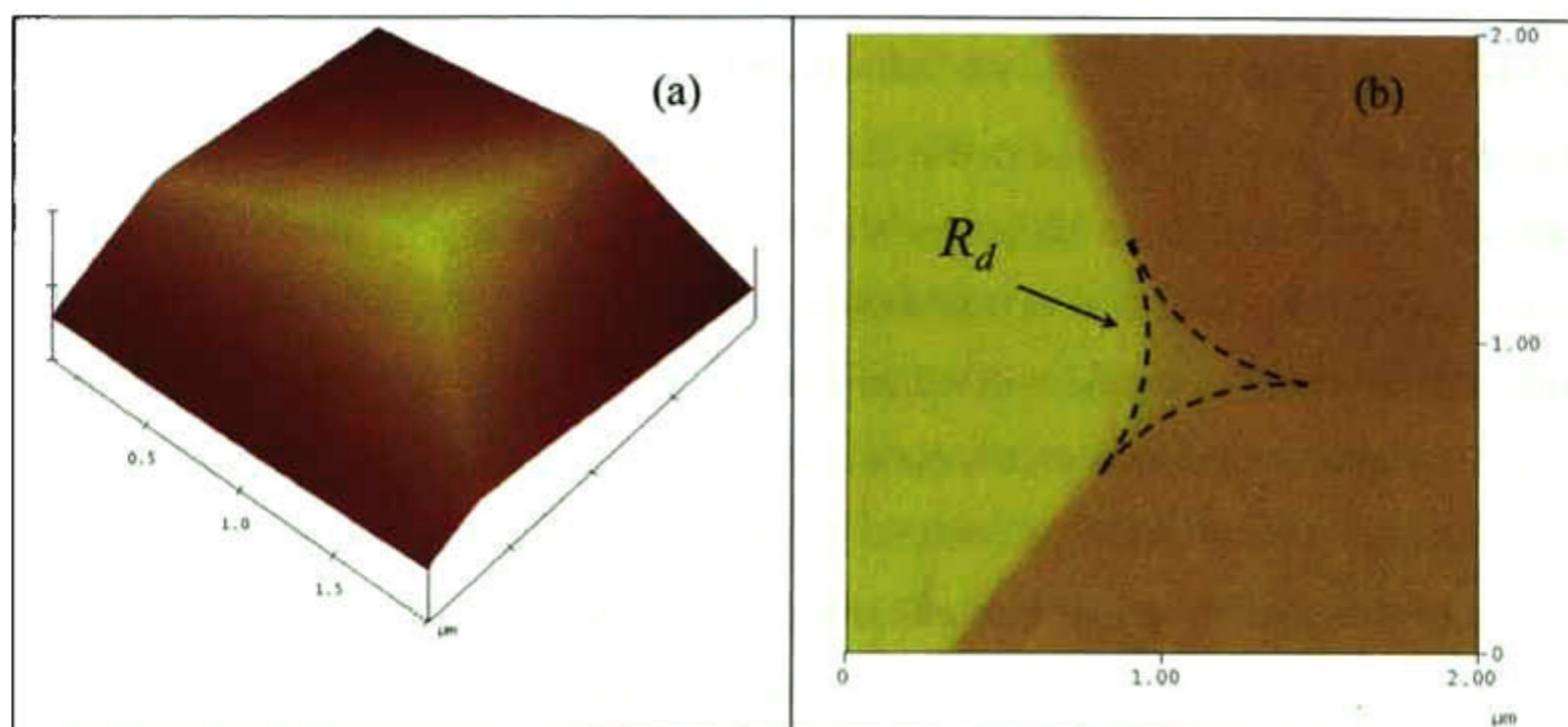
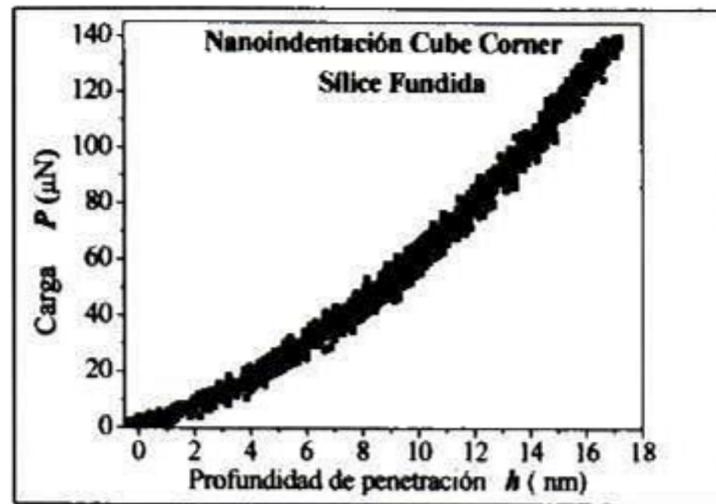


Figura 104. Micrografías por AFM de las vistas (a) isométrica y (b) superior de la punta Cube Corner.

### 3.3.2 Análisis de nanoindentación Cube Corner en material de referencia

#### 3.3.2.1 Nanoindentación en la muestra de sílice fundida

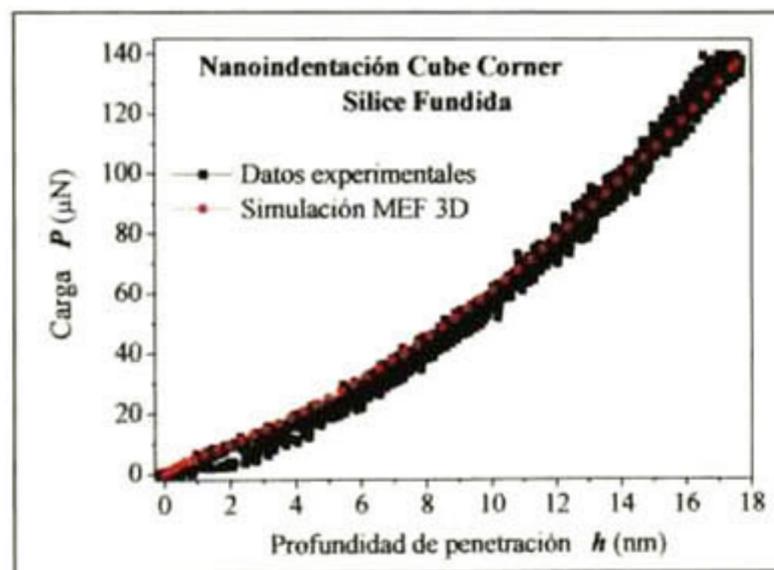
En primera instancia, se llevaron a cabo nanoindentaciones con el indentador Cube Corner en el material de referencia de sílice fundida, con una carga aplicada de  $140\mu\text{N}$ , con la finalidad de encontrar la penetración máxima permisible hasta donde se mantuviera el comportamiento elástico del material, los datos experimentales de la nanoindentación se muestran en la Figura 105.



**Figura 105. Comportamiento elástico durante una nanoindentación con la punta Cube Corner, para el material de sílice fundida.**

### 3.3.2.2 Simulación de las curvas $P-h$ de nanoindentación

Se simuló por MEF la nanoindentación en sílice fundida utilizando el modelo piramidal 3D considerando la geometría real del indentador desgastado. Los resultados de la simulación (Anexo 9) se compararon con los obtenidos en la nanoindentación experimental. Para la simulación se definieron en el modelo las mismas propiedades elásticas que se reportan en la Tabla 1. Como resultado, se obtuvo una buena predicción de la medida experimental con la simulación MEF 3D como se observa en la Figura 106.



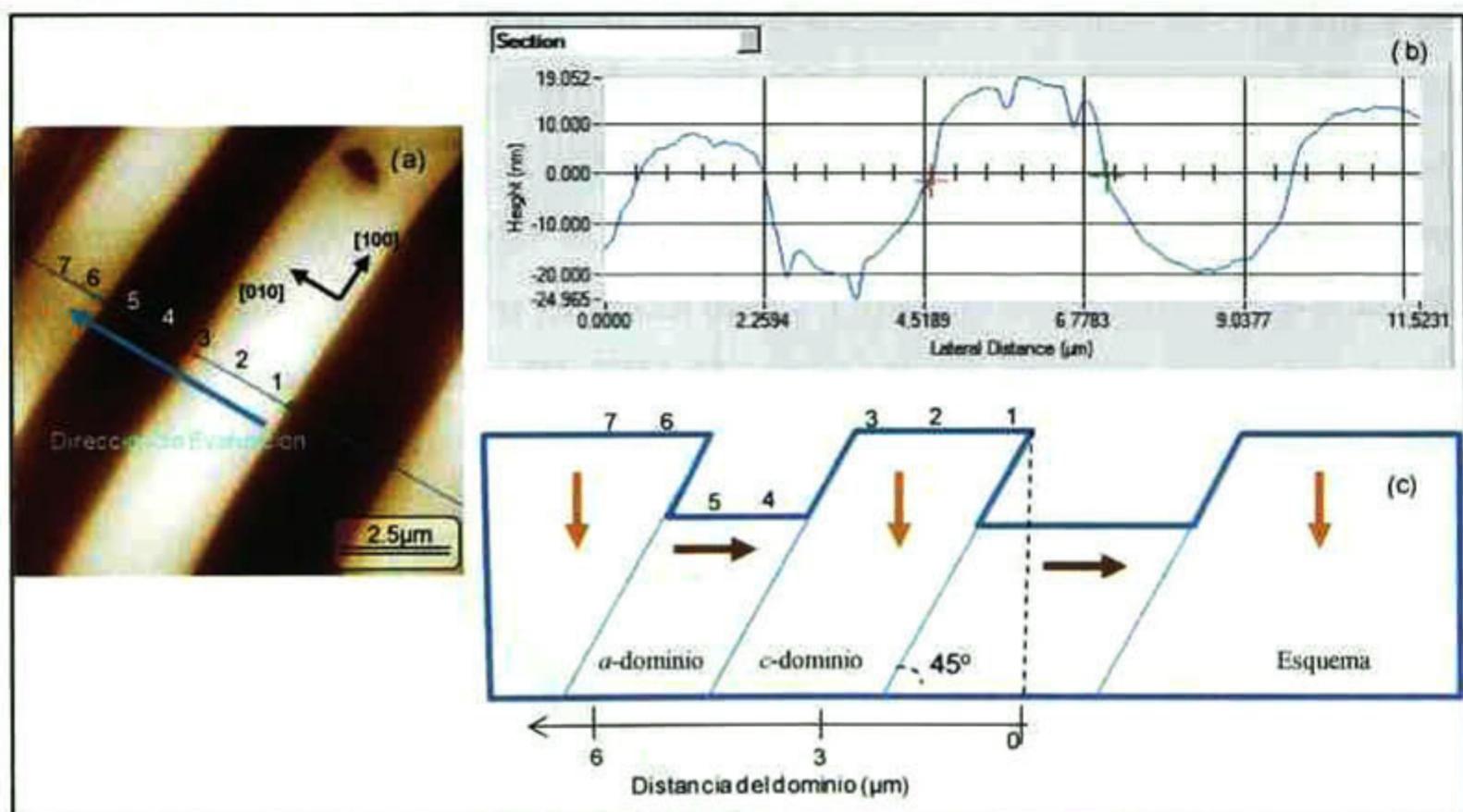
**Figura 106. Comparación de la simulación MEF 3D de la nanoindentación Cube Corner en sílice fundida, con los datos experimentales.**

### 3.3.3 Análisis de nanoindentación Cube Corner en la muestra cerámica $BaTiO_3$

#### 3.3.3.1 Comportamiento anisotrópico de las propiedades mecánicas de dominios en monocristal de $BaTiO_3$

A continuación se presentan los resultados de la anisotropía del comportamiento mecánico provenientes de los volúmenes homogéneos de los dominios del monocristal de  $BaTiO_3$  orientado en la dirección de plano (001). En la Figura 107a se presenta la

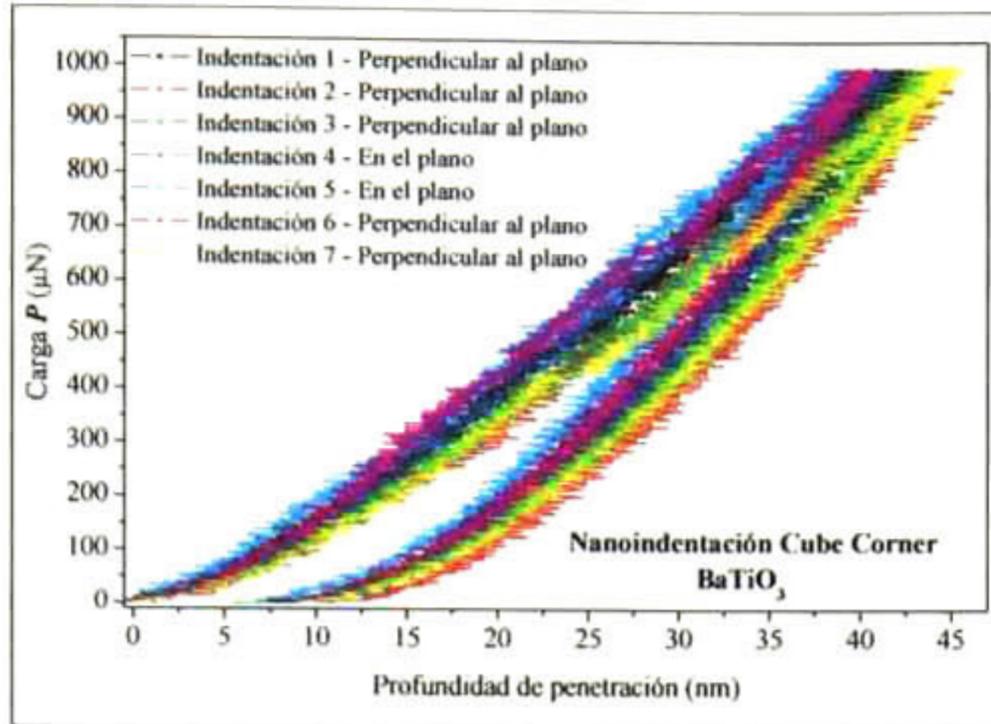
imagen topográfica de los dominios “perpendiculares al plano” y “en el plano” del monocristal de BaTiO<sub>3</sub> orientado en la dirección del plano (001), adquirida mediante el sistema de escaneo topográfico del nanoindentador Hysitron. En la Figura 107b se muestra el perfil de la sección transversal donde se llevaron a cabo los ensayos de nanoindentación, así como las dimensiones de los dominios perpendiculares al plano y en el plano. Mientras que en la Figura 107c se muestra una representación esquemática idealizada de la configuración de los dominios con sus respectivos posibles vectores de polarización. El esquema que se presenta a continuación, se realizó con la finalidad de entender la influencia de los dominios en cada indentación con respecto a la posición de los planos [59].



**Figura 107. (a) Imagen de la topografía de dominios BaTiO<sub>3</sub> (001), donde se llevaron a cabo las indentaciones, (b) perfil de los dominios y (c) esquema ideal de dominios perpendiculares al plano y en el plano, el cual muestra la posible dirección de los vectores de polarización.**

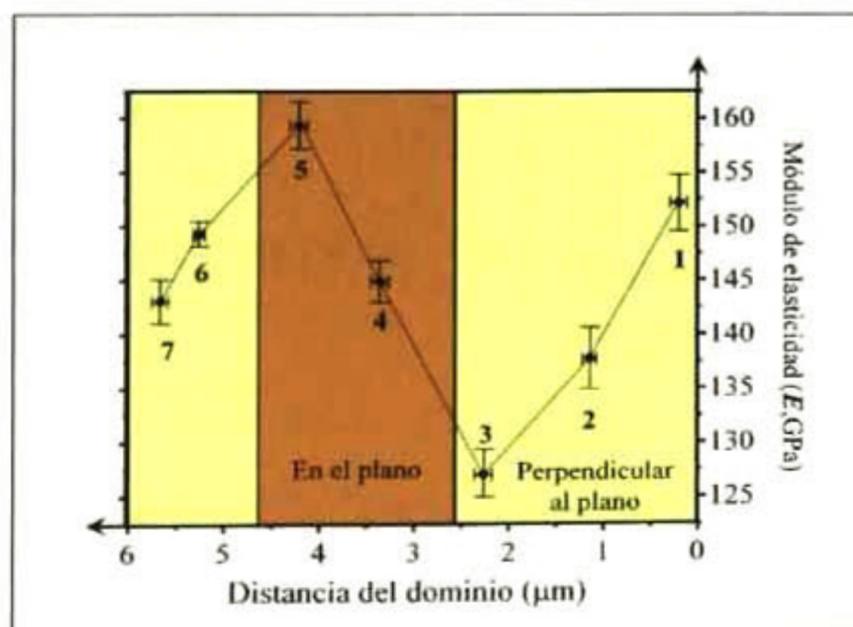
### 3.3.3.2 Nanoindentación en la muestra cerámica BaTiO<sub>3</sub>

Se llevó a cabo la caracterización por nanoindentación del material cerámico BaTiO<sub>3</sub>, con la finalidad de observar las diferencias que existen en su comportamiento mecánico dependiendo del tipo de morfología que se observa en su superficie. Series de nanoindentaciones se realizaron en el material, mostradas en la Figura 108, utilizando la misma carga máxima de  $P_{max}=1000\mu\text{N}$ , clasificando los resultados dependiendo de las diferentes alturas de las paredes de dominios, como se observó en el análisis anterior.



**Figura 108. Nanoindentaciones Cube Corner en el cerámico BaTiO<sub>3</sub>, clasificando de alturas de las paredes de dominios.**

Los resultados de la anisotropía del módulo elástico proveniente de los dominios homogéneos se muestran en la Figura 109. Como puede observarse, el comportamiento anisotrópico del módulo de elasticidad varia de un dominio a otro, lo cual se atribuye a que la orientación de los vectores de polarización es diferente en los dominios perpendiculares al plano que en los dominios en el plano. [59] Donde para el caso de las nanoindentaciones realizadas en la pared de dominios con direcciones paralelas al plano, el cerámico presentó mayor resistencia a la penetración, en comparación con las pruebas realizadas en las paredes de dominios con direcciones perpendiculares al plano, lo cual se puede asociar a que las deformaciones de la muestra se generaron en la misma dirección del parámetro  $c$  de la red cristalina, permitiendo el re-direccionamiento de dominios en las direcciones ortogonales a la fuerza aplicada. Por lo que se relajaron los esfuerzos a los que fue sometido el cerámico durante los ensayos de nanoindentación.



**Figura 109. Graficas de los módulos de elasticidad reducido contra la distancia del dominio, de la anisotropía de los dominios en BaTiO<sub>3</sub> evaluada sobre la superficie del plano (001).**

### 3.3.3.3 Análisis de las curvas $P_m-a/R$

Las curvas  $P-h$ , mostradas en la Figura 108, se transformaron a la forma  $P_m-a/R$ , utilizando el procedimiento del análisis que considera la teoría de Hertz, con la finalidad de extraer información de las propiedades elásticas y elastoplásticas del cerámico BaTiO<sub>3</sub>. Los módulos elásticos reducidos,  $E_r$ , para el material, se determinaron mediante el ajuste lineal de las curvas  $P_m-a/R$  mostradas en la Figura 110, y utilizando la ecuación 23:

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#1}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 64.5 = 151.975 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#2}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 60 = 141.372 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#3}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 55.84 = 131.57 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#4}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 63 = 148.44 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#5}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 67 = 157.865 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#6}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 64 = 150.796 \text{ GPa}$$

$$E_{r \rightarrow \text{Indentació n\#7}} = \pi \left( \frac{3}{4} \right) 61 = 143.727 \text{ GPa}$$

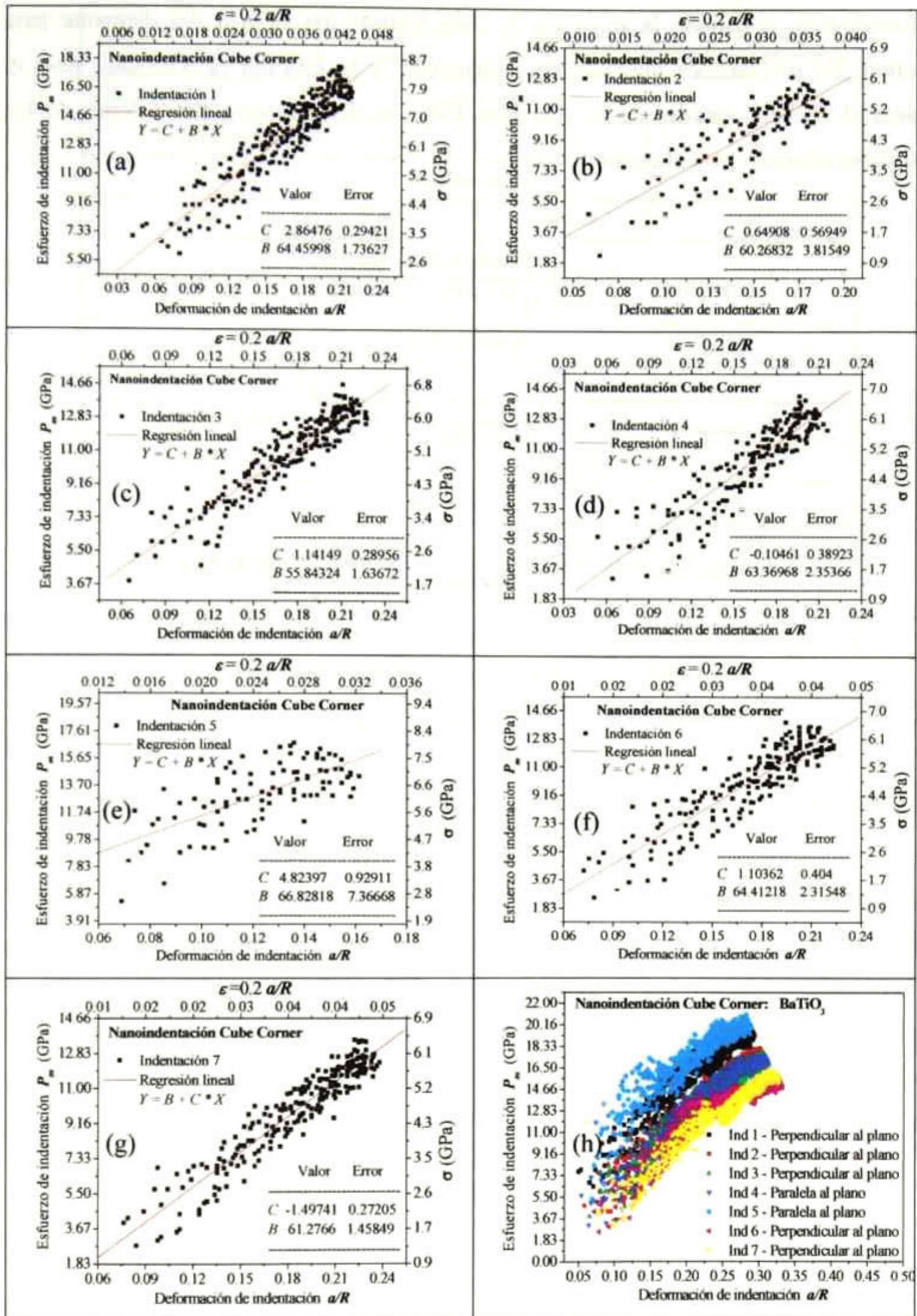


Figura 110. Ajuste lineal de las curvas  $P_m$ - $a/R$  experimentales, de las medidas realizadas en las paredes con vectores (a-c) perpendiculares al plano, (d-e) en el plano, (f-g) perpendiculares al plano y (h) comparación general.

Nuevamente, utilizando la ecuación 2, considerando los valores del diamante para definir las propiedades elásticas del indentador, y la relación de Poisson para el material BaTiO<sub>3</sub> tomada de la literatura [59], se determinaron los valores de los módulos elásticos para el cerámico:

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#1}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{151.975} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 153.754 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#2}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{141.372} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 141.517 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#3}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{131.569} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 130.432 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#4}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{148.44} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 149.646 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#5}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{157.865} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 160.666 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#6}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{150.796} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 152.382 \text{GPa}$$

$$E_{\rightarrow \text{Indentación\#7}} = (1 - 0.35^2) \left[ \frac{1}{143.727} - \frac{(1 - 0.07^2)}{1114} \right]^{-1} = 144.2 \text{GPa}$$

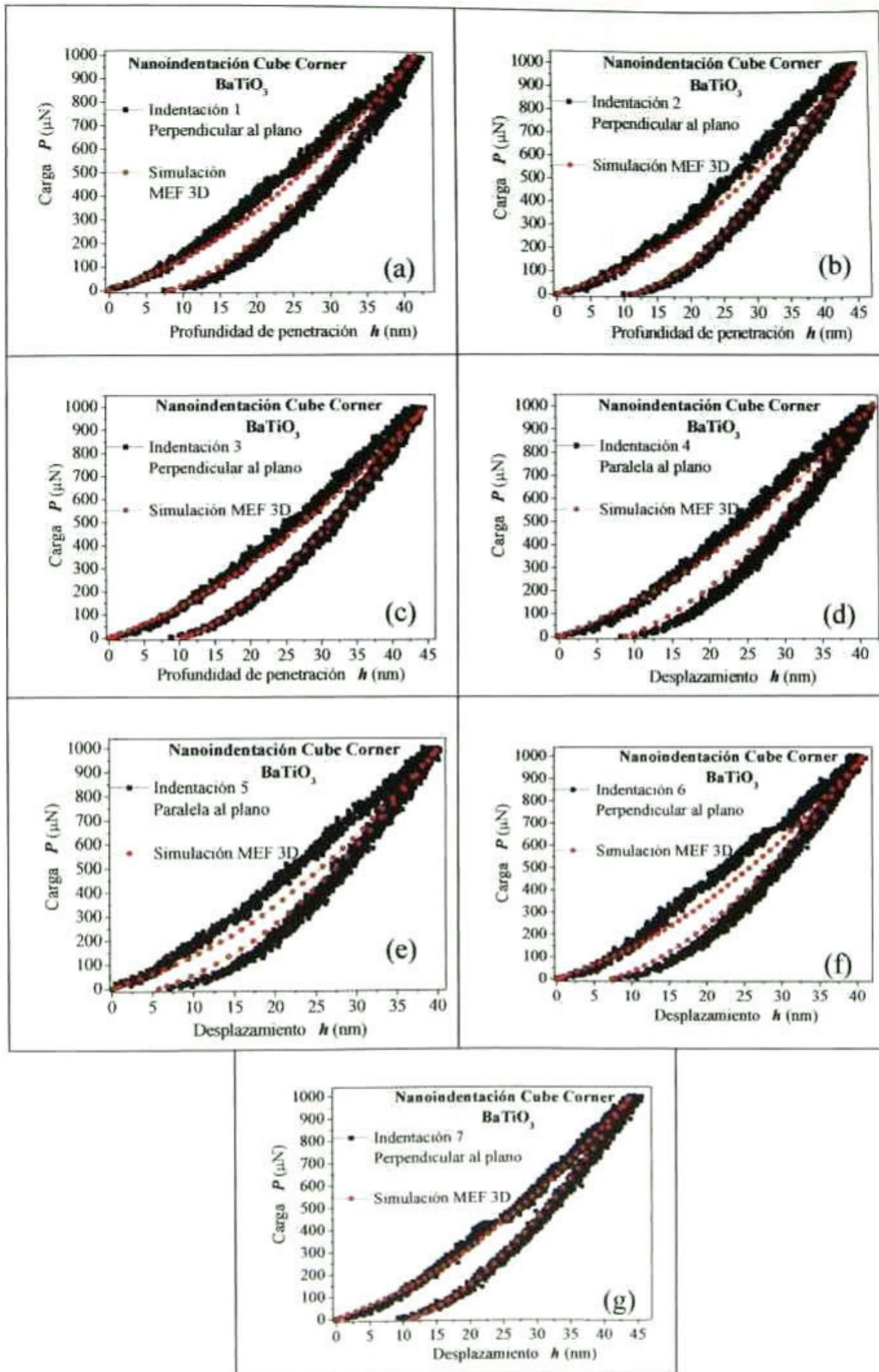
Los parámetros de indentación, calculados analizando las curvas  $P_m$ - $a/R$  experimentales y utilizados en las simulaciones MEF, son mostrados en la Tabla 7.

$E$ , Módulo elástico (GPa)	$\nu$ , Relación de Poisson	$\sigma_y$ , Esfuerzo de Cedencia(GPa)	$E_n$ , Módulo de Endurecimiento (GPa)
<b>Indentación #1</b>			
152±2.5	0.35	8±0.8	70
<b>Indentación #2</b>			
138±4	0.35	5.78±0.9	60
<b>Indentación #3</b>			
127.5±3.5	0.35	6.1±0.9	55
<b>Indentación #4</b>			
146±3.5	0.35	6.26±1	70
<b>Indentación #5</b>			
160±3.2	0.35	6.89±0.9	100
<b>Indentación #6</b>			
150±2	0.35	6.48±0.9	83
<b>Indentación #7</b>			
142±2.5	0.25	6.355±0.7	55

**Tabla 17. Propiedades elásticas y plásticas de BaTiO<sub>3</sub>.**

### 3.3.3.4 Simulación de las curvas $P-h$ de la nanoindentación Cube Corner para el material BaTiO<sub>3</sub>

Se simuló por MEF las nanoindentaciones en el cerámico BaTiO<sub>3</sub> utilizando el modelo piramidal 3D, con la geometría real del indentador desgastado mostrada en la Figura 39. Para la simulación se definieron en el modelo las mismas propiedades elastoplásticas que se reportan en la Tabla 17. Los datos de la simulación se compararon con los obtenidos en la nanoindentación experimental. Como resultado, se obtuvo una buena predicción de las medidas experimentales  $P-h$  con la simulación (Anexo 10) como se observa en la Figura 111.



**Figura 111.** Comparación de los datos experimentales  $P-h$  para el cerámico  $BaTiO_3$ , con las simulaciones por MEF 3D de las nanoindentaciones Cube Corner: (a)#1, (b)#2, (c)#3, (d)#4, (e)#5, (f)#6 y (g)#7.

En la Figura 112, se muestran los esfuerzos von Mises y desplazamientos verticales en la dirección  $Y$  (presentados en la parte lateral derecha e izquierda, respectivamente) cuando son aplicadas las cargas máximas. En las gráficas, las claves de colores

representan las magnitudes de los esfuerzos en Pascales, y de los desplazamientos verticales en metros.

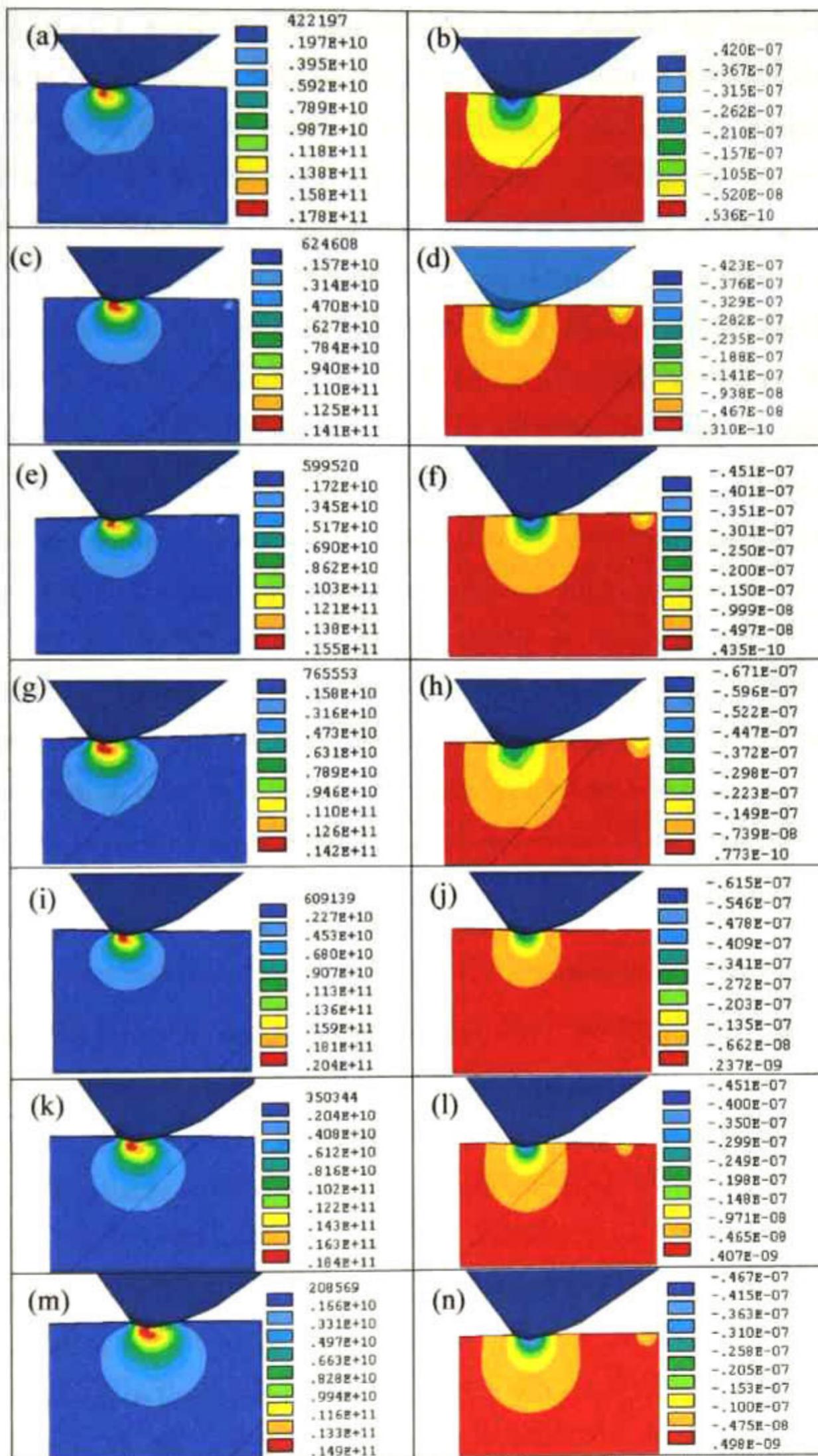


Figura 112. Esfuerzos von Mises y deformaciones máximas en el material cerámico BaTiO<sub>3</sub> correspondiente a la simulación de la nanoindentación Cube Corner a la carga máxima de 1000μN: (a-b)#1, (c-d)#2, (e-f)#3, (g-h)#4, (i-j)#5, (k-l)#6 y (m-n)#7 respectivamente.

En los resultados de las simulaciones, claramente se pueden apreciar las interacciones de los esfuerzos y deformaciones generadas en las nanoindentaciones #1, #4 y #6 a las cargas máximas de  $1000\mu\text{N}$ , como se observan en la Figura 112a-b, g-h y k-l, respectivamente. Por lo tanto, la simulación nos permitió demostrar que la anisotropía que se presenta en la respuesta mecánica del cerámico, se puede asociar al diferente comportamiento que tienen las deformaciones al interactuar con el material de las paredes de dominios vecinas a la zona de indentación. Ya que tanto las deformaciones como los esfuerzos son afectados por los diferentes módulos elásticos, por la forma distinta de re-direccionamiento de los dominios, así como por las variaciones de los valores de esfuerzos de cedencia. Es decir, si se quiere determinar una medida representativa de las propiedades mecánicas de la pared de dominios tipo  $c$  solamente la nanoindentación #2 debe ser considerada, ya que durante el ensayo, no se espera se haya generado una interacción con las paredes de dominios vecinos, y por lo tanto, la respuesta mecánica corresponde puramente al material contenido en la pared ensayada. Similar a lo que ocurre en la indentación #7, realizada también en una pared de dominios tipo  $c$ , por lo tanto, los valores de módulos elásticos extraídos de sus respectivas medidas experimentales son muy similares. Mientras que para determinar una medida representativa de las propiedades mecánicas de la pared de dominios tipo  $a$ , sólo la indentación #5 puede ser considerada, haciendo una analogía al análisis de las indentaciones #2 y #7.

### 3.3.4 Conclusiones preliminares

El monocristal de  $\text{BaTiO}_3$  (001) presenta anisotropía de los dominios de acuerdo a la variación de las propiedades mecánicas de los dominios tipo  $c$  y dominios tipo  $a$ . La variación encontrada, es debido a que la orientación de los vectores de polarización es diferente en los dominios perpendiculares al plano, que en los dominios en el plano. Es decir, la respuesta del cerámico ferroeléctrico-ferroelástico al ensayo de nanoindentación es diferente a lo largo del parámetro  $c$  perpendicular, al paralelo  $a$ , respecto a la dirección de la carga de indentación debido a las diferencias en las deformaciones de la red. El anterior resultado sigue la hipótesis de que las paredes de dominio contribuyan al re-direccionamiento de dominios y por lo tanto afectan el comportamiento de las deformaciones elastoplásticas del material debido a su interacción con las fronteras de las paredes de dominios.

#### 4. Conclusiones

Una metodología basada en la reconstrucción de la geometría real de los indentadores, particularmente de la punta en modelos de elementos finitos se empleó con éxito para representar las condiciones de contacto en los fenómenos nanoindentación. Con la cual, se reprodujo satisfactoriamente con indentadores de diferentes geometrías en materiales con distintos comportamientos mecánicos (cerámicos, lineales y no lineales).

- Una metodología basada en el análisis de las curvas  $P_m-a/R$ , fue propuesta y aplicado exitosamente para la determinación del módulo elástico, esfuerzo de cedencia y dependiendo del material, presiones de contacto asociadas a esfuerzos coercitivos de los materiales sometidos a la prueba de nanoindentación.

En los materiales base zirconia con fase tetragonal no transformable (16YTaSZ y 7YSZ) se identificaron cambios reproducibles en el comportamiento las pendientes de las curvas  $P_m-a/R$ , permitiendo determinar los esfuerzos coercitivos de indentación ( $\sigma_{ci}$ ) antes de la aparición de histéresis en las curvas  $P-h$  asociada al fenómeno de ferroelasticidad.

- A partir de las curvas esfuerzo-deformación de indentación de las muestras de 16YTaSZ, se obtuvo un nuevo modelo constitutivo análogo al que se ha obtenido de los experimentos de Baither. El modelo constitutivo de indentación se implementó en modelos 2D y 3D MEF, para simular los comportamientos no lineales asociados a la ferroelasticidad, y se obtuvo una mejora significativa en la predicción de los resultados experimentales.

La caracterización de las deformaciones superficiales por AFM de las huellas residuales de nanoindentaciones con geometría esferocónica en 16YTaSZ, permitió asociar los fenómenos de deformación con la cristalografía del material en direcciones específicas, los cuales son revelados al someterse a esfuerzos por encima del  $\sigma_{ci}$ . Los resultados anteriores, son una evidencia indirecta de que el incremento en rigidez con el aumento de la fuerza de indentación está relacionado con fenómenos de re-direccionamiento de celdas unitarias tetragonales, es decir con la ferroelasticidad.

- Se desarrolló una metodología para identificar la orientación cristalina de los cristales estudiados en las muestras 16YTaSZ, a partir de la topografía revelada

por pulido mecanoquímico y las diferencias en su módulo de elasticidad determinado por nanoindentación. Los cristales con la orientación cristalina (100) presentaron una mayor pendiente en “aumento en la rigidez de contacto” conforme aumenta la fuerza de indentación respecto de los cristales orientados en planos (110) y (111). El reforzamiento de material 16YTaSZ se asoció al redireccionamiento de los dominios en forma ortogonal a la dirección fuerza de aplicación, incrementando el empaquetamiento de la estructura cristalina.

Experimentos realizados en un material ferroelástico natural monocristalino que es el BaTiO<sub>3</sub> en dirección (001), permitieron entender que las paredes de dominios 90°-ca son el factor más importante que afecta la dureza y el módulo de elasticidad y que probablemente estén asociados a fenómenos de redireccionamiento de dominios. Es decir, se refuta el concepto de anisotropía en propiedades mecánicas asociada a tipo de dominios y se sustituye por la interacción de los campos de deformación con el tipo de paredes de dominios. La presente tesis necesita sin embargo trabajo adicional asociada a estudios en cristales con diferentes orientaciones cristalinas.

## **5. Perspectivas de trabajo futuro**

Con la finalidad de complementar el entendimiento del fenómeno de ferroelasticidad, que debido su complejidad debe ser estudiado bajo un rango más amplio de análisis, se propone la siguiente lista de actividades relacionadas con el presente estudio como trabajo futuro.

- Simular por elementos finitos los campos de esfuerzo y deformación de nanoindentaciones piramidales considerando los modelos de los indentadores piramidales como cuerpos deformables.
- Realizar microscopía acústica de fuerza atómica, para corroborar el efecto ferroelástico en las superficies deformadas por nanoindentación en los materiales cerámicos base zirconia con fase t´.  
Modificar los modelos de las muestras cerámicas TBC's, considerando las paredes de los granos de los materiales policristalinos.
- Realizar la caracterización del material BaTiO<sub>3</sub> por nanoindentación a cargas variables utilizando un indentador esferocónico con un radio de curvatura mayor al del indentador piramidal Cube Corner, para aumentar el efecto elástico-ferroelástico en el proceso de deformación, y así al amplificar el efecto se pueda comprender mejor el comportamiento del fenómeno ferroelástico durante el ensayo.
- Reproducir el procedimiento de análisis de resultados de indentación de muestras 16YTaSZ del presente trabajo en muestras de BaTiO<sub>3</sub> policristalino, que es un ferroelástico natural y que permitirá comprobar el método de identificación de ferroelasticidad asociada a diferentes orientaciones cristalinas.



## Referencias

1. H. Hertz, *J. Reine Angew. Math.* 92, 156 Translated and reprinted in English in *Hertz's Miscellaneous Papers* (Macmillan, London, 1896), Ch. 5. (1881).
2. H. Hertz, *Verh. Ver. Beförderung Gewerbe Fleisses* 61, 410 Translated and reprinted in English in *Hertz's Miscellaneous Papers*, edited by P. Lenard (Macmillan, London, United Kingdom, 1896), Ch. 6. (1881).
3. M. Doerner and W. Nix 1986 "A method for interpreting the data depth-sensing indentation instruments" *J. Mater Res.* 1 601-609.
4. W. C. Oliver and G. M Pharr 2004 "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology" *J. Mater. Res.* 19 3-20.
5. J. S. Field and M. V. Swain 1993 "A simple predictive model for spherical indentation" *J. Mater. Res.* 8 297-306.
6. Y. Y. Lim, M. M. Chaudhri and Y. Enomoto 1999 "Accurate determination of the mechanical properties of thin aluminum films deposited on sapphire flats using nanoindentations" *J. Mater. Res.*, 14 2314-2327.
7. Ning Yu and Andreas A. Polycarpou 2004 "Use of the focused ion beam technique to produce a sharp spherical diamond indenter for sub-10nm nanoindentation measurements" *Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures* 22 668.
8. D. F. Bahr, D. E. Kramer and W. W. Gerberich 1998 "Non-linear deformation mechanisms during nanoindentation" *Acta mater.* 46 3605-3617.
9. N. I. Tymiak, D. E. Kramer, D. F. Bahr, T. J. Wyrobek and W. W. Gerberich 2001 "Plastic strain and strain gradients at very small indentation depths" *Acta mater.* 49 1021-1034.
10. S. W. Youn, and C. G. Kang 2005 "FEA study on nanodeformation behaviors of amorphous silicon and borosilicate considering tip geometry for pit array fabrication" *Materials Science and Engineering* 390 233-239.
11. W. W. Gerberich, J. C. Nelson, E. T. Lilleodden, P. Anderson, and J. T. Wyrobek 1996 "Indentation induced dislocations nucleation: the initial yield point" *Acta mater* 44 3585-3598.
12. Zhiqiang Cao, and Xin Zhang 2007 "Nanoindentation creep of plasma-enhanced chemical vapor deposited silicon oxide thin films" *Scripta Materialia* 56 249-252.
13. M. Troyon, and L. Huang 2005 "Correction factor for contact area in nanoindentation measurements" *J. Mater. Res.* 20 610-617.
14. Ranjana Saha, Zhenyu Xue, Young Huang, William D. Nix 2001 "Indentation of a soft metal film on a hard substrate: strain gradient hardening effects" *J. Mech. Phys. Solids* 49 1997-2014.
15. J. E. Bradby, J. S. Williams, J. Wong-Leung, M. V. Swain and P. Munroe, 2001 "Mechanical deformation in silicon by micro-indentation" *J. Mater. Res.* 16 1500-1507.

16. H. Bei, E. P. George, J. L. Hay, and G. M. Pharr 2005 "Influence of Indenter Tip Geometry on Elastic Deformation during Nanoindentation" *Phys. Rev. Lett.* **95** 045501-1 – 045501-4.
17. Dejun Ma, Chung Wo Ong, Sing Fai Wong and Jiawen He 2005 "New method for determining Young's modulus by non-ideally sharp indentation" *J. Mater. Res.* **20** 1498-1506.
18. Chug-Jen Lu and D. B. Bogy 1995 "The effect of tip radius on nano-indentation hardness tests" *Inf. J. Solidr. Structures* **32** 1759-1770.
19. Ning Yu, Andreas A. Polycarpou and Thomas F. Conry 2004 "Tip-radius effect in finite element modeling of sub-50 nm shallow nanoindentation" *Thin Solid Films* **450** 295-303.
20. Yan Ping Cao, Ming Dao and Jian Lu 2007 "A precise correcting method for the study of the superhard material using nanoindentation tests" *J. Mater. Res.* **22** 1255-1264.
21. A. C. Fischer-Cripps 2001 "Simulation of sub-micron indentation tests with spherical and Berkovich indenters" *J. Mater. Res.* **16** 2149-2157.
22. A.W. Warren, Y.B. Guo 2006 "Machined surface properties determined by nanoindentation: Experimental and FEA studies on the effects of surface integrity and tip geometry" *Surface & Coatings Technology* **201** 423-433.
23. Ting Zhu, Ju Li, Krystyn J. Van Vliet, Shigenobu Ogata, Sidney Yip, Subra Suresh 2004 "Predictive modeling of nanoindentation-induced homogeneous dislocation nucleation in copper" *J. Mech. Phys. Solids* **52** 691-724.
24. Liang Fanga, Qihong Cena, Kun Suna, Weimin Liub, Xiaofeng Zhanga and Zhifu Huang 2005 "FEM computation of groove ridge and Monte Carlo simulation in two-body abrasive wear" *Wear* **258** 265-274.
25. S. Shim, W. C. Oliver and G. M. Pharr 2007 "A comparison of 3D finite element simulations for berkovich and conical indentation of fused silica" *Int. J. Surface and Engeneering* **1** 259-273.
26. D. J. Ma, K. W. Xu, and J. W. He 1998 "Numerical simulation for determining the mechanical properties of thin metal films using depth-sensing indentation technique" *Thin Solid Films* **323** 183-187.
27. K. L. Johnson, "*Contact Mechanics*", Cambridge University Press, (1985).
28. B. Basu 2005 "Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics" *International Materials Reviews* **50** 239-256.
29. A. V. Virkar and R. L. K. Matsumoto 1986 "Ferroelastic domain switching as a toughening mechanism in tetragonal zirconia" *J. Am. Cerom. Soc.* **69** C-224-C-22.
30. C. Mercer, J. R. Williams, D. R. Clarke and A. G. Evans 2007 "On a ferroelastic mechanism governing the toughness of metastable tetragonal-prime (t') yttria-stabilized zirconia" *Proc. R. Soc. A* **463** 1393-1408.
31. R. P. Engel, D. Lewis, B. A. Bender, and R. W. Rice "Physical, microstructural, and thermomechanical properties of ZrO<sub>2</sub> single crystals"; pp. 408-14 in *Advances in Ceramics, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia II*. Edited by N. Claussen, M. Ruhle, and A. H. Heuer. American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984.

32. Michel D, Mazerolles L, and Perez M y Jorha, "Polydomain crystals of single-phase tetragonal ZrO: structure, microstructure, and fracture toughness"; pp. 131-38 in *Advances in Ceramics, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia I*. Edited by N. Claussen, M. Ruhle, and A. H. Heuer. American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984.
33. Tsukuma T, Kubota Y, and Tsukidate T, "Thermal and mechanical properties of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-stabilized zirconia polycrystals"; pp. 382-90 in *Advances in Ceramics, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia II*. Edited by N. Claussen, M. Ruhle, and A. H. Heuer. American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984.
34. A. G. Evans, D. R. Clarke, and C. G. Levi 2008 "The influence of oxides on the performance of advanced gas turbines" *Journal of the European Ceramic Society* **28** 1405-1419.
35. F. M. Pitek and C. G. Levi 2007 "Opportunities for TBCs in the ZrO<sub>2</sub>-YO<sub>1.5</sub>-TaO<sub>2.5</sub> system" *Surface & Coatings Technology* **201** 6044-6050.
36. M. McMeeking and A. G. Evans 1982 "Mechanics of Transformation-Toughening in Brittle Materials" *J. Am. Ceram. Soc.* **65** 242-46.
37. A. G. Evans "Toughening Mechanisms in Zirconia Alloys"; pp. 193-212 in *Advances in Ceramics, Vol. 12, Science and Technology of Zirconia I*. Edited by N. Claussen, M. Ruhle, and A. H. Heuer. American Ceramic Society, Columbus, OH, 1984.
38. Marshall D B, Evans A G, and Drory M "Transformation Toughening in Ceramics"; pp. 289- 307 in *Fracture Mechanics of Ceramics, Vol. 6*, Edited by R. C. Bradt, A. G. Evans, F. F. Lange, and D. P. H. Hasselman. Plenum Press, New York, 1983.
39. T. A. Schaedler, R. M. Leckie, S. Krämer, A. G. Evans and C. G. Levi 2007 "Toughening of nontransformable t'-YSZ by addition of titania" *J Am Ceram Soc* **90** 3896-3901.
40. A. V. Virkar 1998 "Role of ferroelasticity in toughening of zirconia ceramics" *Key Engineering Materials* **153-154** 183-210.
41. D. Baither, M. Bartsch, B. Baufeld, A. Tikhonovsky, A. Foitzik, M. Rühle and U. Messerschmidt 2001 "Ferroelastic and plastic deformation of t'-zirconia single crystals" *J Am Ceram Soc.* **84** 1755-62.
42. A. C. Fisher-Cripps and B. R. Lawn 1996 "Indentation stress-strain curves for quasi-ductile ceramics" *Acta mater* **44** 519-521.
43. Tadao Kiriya, Hirofumi Harada and Jiwang Yan 2009 "Finite element modeling of high-pressure deformation and phase transformation of silicon beneath a sharp indenter" *Semicond Sci. Technol.* **25** 1-12.
44. G. Arlt, P. Sasko, 1980 "Domain Configuration and Equilibrium Size of Domains in BaTiO<sub>3</sub> Ceramics" *J. Appl. Phys.* **51** 4959-4960.
45. Ennio Fatuzzo and Walter J. Merz 1967 "Ferroelectricity" North-Holland Publishing Company-Amsterdam.
46. K. Uchino 2000 "Ferroelectric Devices, Marcel Dekker, Inc."
47. M.H Lin, H.Y Lu 2002 "Collinear partial dislocations in barium titanate perovskite", *MSEA*, 333, 41.

48. Forsbergh, P. W. 2003 "Domain structure and Phase Transition in Barium Titanate" *Phys. Rev.* **76** 1187-1202.
49. Hooton, J.A. and Merz, W. J. 1955 "Each Patterns and Ferroelectric Domains in BaTiO<sub>3</sub> Single Crystals" *Phys. Rev.* **98** 409-13.
50. M. Hammer, C. Monty, A. Endriss, M. J. Hoffmann 1998 "Correlation between Surface Texture and Chemical Composition in Undoped, Hard, and Soft Piezoelectric PZT Ceramics" *J. Am. Ceram. Soc.* **81** 721-724.
51. J. Muñoz-Saldaña, L. M. Eng, G.A.Schneider 2000 "Microscopía de Barrido de Fuerzas Piezoeléctricas para la Evaluación Directa de Dominios en Materiales Ferroeléctricos de BaTiO<sub>3</sub>", *Ciencia UANL* **3** 389.
52. J. Muñoz-Saldaña, L.M. Eng, G.A. Schneider 2001 "Evaluation of Stress Induced 90°-Domain Redireccionamiento in BaTiO<sub>3</sub> Single Crystals by Scanning Force Microscopy" *Surf. Sci. Lett.* **480/1-2**, L402-L410.
53. J. Muñoz-Saldaña, B. Mullier, G.A. Schneider 2002 "Preparation of BaTiO<sub>3</sub> Single Crystals by Using the Modified SiO<sub>2</sub>-Exaggerated Grain Growth Method" *J. Eur. Ceram. Soc.* **22** 681-688.
54. T. Scholz, K.K. Mc Laughin, F. Guliani, J. Clegg, F.J. Espinoza-Beltran, M.V. Swain, G.A. Schneider 2007 "Nanoindentation initiated dislocations in Barium titanate (BaTiO<sub>3</sub>)" *Applied physics letters* **91** 062903.
55. R. Lüthi, H. Haefke, P. Grütter, H.-J. Güntherodt 1993 "Surface and Domain Structures of Ferroelectric GASH Crystals Studied by Scanning Force Microscopy" *Surf. Sci. Lett.* **285** L498-L502.
56. L. M. Eng, H.-J. Guentherodt, G.A. Schneider, U. Koepke, and J. Muñoz Saldaña 1999 "Nanoscale Reconstruction of Surface Crystallography from Three-Dimensional Polarization Distribution in Ferroelectric Barium-Titanate Ceramics" *Appl. Phys. Lett.* **74** 233-35.
57. O. Auciello, A. Gruverman, H. Tokumoto, S.A. Prakash, S. Aggarwal, R. Ramesh 1998 "Nanoscale Scanning Force Imaging of Polarization Phenomena in Ferroelectric Thin Films" *MRS Bull* **23** 33-42.
58. G. Zavala, J. H. Fendler, S. Troier-McKinstry 1997 "Characterization of ferroelectric Lead Zirconate Titanate Films by Scanning Force Microscopy" *J. Appl. Phys.* **81** 7480-91.
59. A. Hurtado Macías, Tesis doctoral, "Caracterización de las propiedades estructurales, ferroeléctricas y ferroelásticas de cerámicos ferroeléctricos ABO<sub>3</sub>", Cinvestav Unidad Querétaro, México. 1-169, (2008).
60. J. Boussinesq, Application des polencials a letudes de l'equilibre et du mouvement des solids elastiques. Paris: Gauthier-Villars (1885).
61. A. E. H Love 1929 "The Stress produced in a semi-infinite solid by pressure on part of the boundary" *Philos. Trans. R. Soc. London, Ser. A* **228** 377-420.
62. Love, A. E. H. 1939 "Boussinesq's problem for a rigid cone" *Quart. J. Math.* **10** 161-175.
63. I. N. Sneddon 1965 "The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile" *Int. J. Engng. Sci.* **3** 47-57.

64. N. A. Stillwell, and D. Tabor 1961 "Elastic recovery of conical indentations" *Proc. Phys Soc. London* **78** 169-179.
65. S. I. Bulychev, V. P. Alekhin, M. Kh. Shorshorov, A. P. Ternovskii and G. D. Shnyrev 1975 "Determining Young's modulus from the indenter penetration diagram" *Zavod. Lab.* **41** 1137.
66. G. M. Pharr, W. C. Oliver and F. R. Brotzen 1992 "On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area, and elastic modulus during indentation" *J. Mater. Res.* **7** 613-617.
67. R. B. King 1987 "Elastic analysis of some punch problems for a layered medium" *Int. J. of Solid. Struc.* **23** 1657-1664.
68. W. C. Oliver, and G. M. Pharr 1992 "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load a displacement sensing indentation experiments" *J. Mater. Res.* **7** 1564-1583.
69. J. Loubet, J. Georges, O. Marchesini and G. Meille 1984 "Vickers Indentation Curves of Magnesium oxide" *J. Tribol. Trans. ASME* **106** 43-48.
70. T. Scholz, M. May, M. V. Swain, G. A. Schneider and N. Claussen 2003 "Nanoindentation measurements on infiltrated alumina aluminide alloys" *International Journal of Materials Research* **94** 819-826.
71. A. C. Fischer-Cripps, "Nanoindentation", *Springer Verlag*, 1st Edition, 2002, 217.
72. A. C. Fischer-Cripps 2003 "Elastic recovery and reloading of hardness impressions with a conical indenter" *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **750** Y6.9.1-Y6.9.6.
73. R. Hill, "The mathematical theory of plasticity", *Clarendon Press*, Oxford, 1950.
74. A. Bolshakov and G. M. Pharr 1999 "A critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data" *J. Mater. Res.* **14** 2296-2305.
75. T. O. Mulhearn 1959 "The deformation of metals by vickers-type pyramidal indenters" *J. Mech. Phys. Solids.* **7** 85-96.
76. D. M. Marsh 1963 "Plastic flow in glass", *Proc. Roy. Soc. Lond.* **A279** 420-435.
77. L. E. Samuels, T. O. Mulhearn 1957 "An experimental investigation of the deformed zone associated with indentation hardness impressions" *J. Mech. Phys. Solids.* **5** 125-134.
78. S. S. Chiang, D. B. Marshall, A. G. Evans 1982 "The Response of Solids to Elastic/Plastic Indentation. I. Stresses and Residual Stress" *J. Appl. Phys.* **53** 298-311.
79. W. Hirst, W. Howse 1969 "The indentation of materials by wedges" *Proc. Roy. Soc., A* **311**, 429-444.
80. K. L. Johnson, 1970 "On the correlation of indentation experiments" *J. Mech. Phys. Solids.* **18** 115-126.
81. B. R. Lawn, A. G. Evans and D. B. Marshall 1980 "Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System", *J. Am. Ceram. Soc.* **63** 574-81.
82. R. D. Cook, D. S. Malkus, M. E. Plesha "Concepts and applications of finite element analysis" 3rd, Joh Wiley and Sons, New York, (1989).

83. Y. Gaillard, A. Hurtado Macías, J. Muñoz-Saldaña, M. Anglada, and G. Trápaga 2009 “Nanoindentation of BaTiO<sub>3</sub>: dislocation nucleation and mechanical twinning” *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42** 1-8.
84. Franco Jona, G. Shirane, *Ferroelectric Crystals*, Dover Publications, 402 p. New York,(1993).
85. L. M. Eng, H. J. Gwentherodt, G. A. Schneider, U. Koepke, and J. Muñoz Saldaña 1999 “Nanoscale reconstruction of surface crystallography from three-dimensional polarization distribution in ferroelectric barium–titanate ceramic” *Applied Physics Letters* **74** 233-35.
86. G. Arlt and P. Sasko 1980 “Domain Configuration and Equilibrium Size of Domains in BaTiO<sub>3</sub> Ceramics” *Applied Physics* **51** 4956-4960.
87. Y. Gaillard, A. Hurtado Macías, J. Muñoz-Saldaña, M. Anglada, and G. Trápaga 2009 “Nanoindentation of BaTiO<sub>3</sub>: dislocation nucleation and mechanical twinning” *J. Phys. D: Appl. Phys.* **42** 1-8.
88. S. C. Hwang and R. M. McMeeking 1999 “A finite element model of ferroelastic polycrystals” *International Journal of Solids and Structures* **36** 1541-1556.
89. Robert E. Reed-Hill 1986 *Principios de Metalurgia Física* 4a edición CIA. Editorial Continental, S. A. de C. V., México.
90. Triboscope Nanomechanical Test System User’s Manual. Ed. H. Inc. 1996, Minneapolis, MN.
91. Zur Erlangung der Würde, Dr. Thesis “Mechanical properties on nanometer scale and their relations to composition and microstructure. A nanoindentation study on carbon implanted Ti-6Al-4V” Max-Planck-Institut für Metallforschung, Stuttgart, 2000.
92. Digital Instruments, 2000. Nanoindentation and Nanoscratching with SPMs For Nanoscope Version 4.32 Software. Veeco Metrology Group.
93. Nanoscope III, 2001, version 5.12r3. Digital Instruments, a Division of Veeco Instruments, Inc.
94. Standard material provided by the supplier Veeco Instruments, in the purchase of the equipment Nanoscope VI Dimension 3100.
95. Torres M. Reydezel 1981 “Consideraciones sobre el Análisis Experimental de Esfuerzos Punto a Punto” *Revista Electromecánica ESIME-IPN* **9** 2-10.
96. Francisco Ramírez Cruz, Tesis Doctoral, “Optimización geométrica con elemento finito basada en algoritmos de crecimiento biológico”, Universidad Autónoma de Nuevo León, México, 176 p. (2008).
97. Gan Zhenghao, Yu Guoqing, Zhao Zhiwei, C. M. Tan, and B. K. Tay 2005 “Mechanical properties of zirconia thin films deposited by filtered cathodic vacuum arc” *J. Am. Ceram. Soc.* **88** 2227-2229.
98. M. Fujikane, D. Setoyama, S. Nagao, R. Nowak and S. Yamanaka 2007 “Nanoindentation examination of yttria-stabilized zirconia (YSZ) crystal” *Journal of Alloys and Compounds* **431** 250-255.

99. B. K. Jang 2006 "Influence of low indentation load on Young's modulus and hardness of 4 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>" by nanoindentation *Journal of Alloys and Compounds* **426** 312-315.
100. H. Bei, Z. P. Lu, and E. P. George 2004 "Theoretical Strength and the Onset of Plasticity in Bulk Metallic Glasses Investigated by Nanoindentation with a Spherical Indenter" *The American Physical Society* **93** 125504 1-4.
101. T. Y. Tsui, W. C. Oliver, G. M. Pharr 1996 "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part I. Experimental studies in an aluminum alloy", *J. Mater. Res.* **11** 752-759.
102. A. Bolshakov, W. C. Oliver and G. M. Pharr 1996 "Influences of stress on the measurement of mechanical properties using nanoindentation: Part II. Finite Element Simulations" *J. Mater. Res.* **11** 760-768.
103. Z. H. Sun, and K. W. White 2008 "Nanoindentation-induced plastic deformation and fracture behavior difference between a- and c-domains of BaTiO<sub>3</sub> single crystal" *J. Appl. Phys.* **104** 1035061-1035061.
104. J. Lian, J. E. Garay, and J. Wang 2007 "Grain size and grain boundary effects on the mechanical behavior of fully stabilized zirconia investigated by nanoindentation" *Scripta Materialia* **56** 1095-1098.
105. J. M. Burgers 1940 "Geometrical consideration concerning the structural irregularities to be assumed in a crystal" *Proc. Phys. Soc.* **52** 23-33.
106. Askeland DR 1996 *The science and engineering of materials*, 3rd S.I. Ed. PWS Publishing Company.
107. Ken Kurosaki, Daigo Setoyama, Junji Matsunaga, and Shinsuke Yamanaka 2005 "Nanoindentation tests for TiO<sub>2</sub>, MgO, and YSZ single crystals" *Journal of Alloys and Compounds* **386** 261-264.
108. J. Lankford, R. A. Page, and L. Rabenberg 1988 "Deformation mechanisms in yttria-stabilized zirconia" *Journal of Materials Science* **23** 4144-4156.
109. A. Hurtado Macías, J. Muñoz-Saldaña, F. J. Espinoza-Beltrán, T. Scholz, M. V. Swain and G. A. Schneider 2008 "Indentation size effect in soft PZT ceramics with tetragonal structure close to the MPB" *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41** 8.



## 6. Anexos

### Anexo 1

!INDENTACIÓN ELÁSTICA 2D BERKOVICH CON DESGASTE  
(BK2) !EN SÍLICE FUNDIDA

```

/UNITS,SI
/PREP7
ET,1,PLANE182

!Propiedades de la muestra
KEYOPT,1,1,0
KEYOPT,1,3,1
KEYOPT,1,6,0
KEYOPT,1,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,1,,72E9
MPDATA,PRXY,1,,0.17

!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,Radio,809.9
*SET,T,0.84
*SET,Angulo,70.32
*SET,hmaximo,Radio
*SET,hbDesgaste,Radio*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,dbDesgaste,hmaximo*TAN(Angulo)
K,1,,Radio
K,2,,
K,3,Radio,Radio
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,,hbDesgaste
K,5,dbDesgaste,hmaximo-hbDesgaste
L,4,5
LINL,1,2
*GET,Kx6,KP,6,LOC,X
*GET,Ky6,KP,6,LOC,Y
KDELE,ALL
*SET,R,Radio*1E-9
*SET,hmax,R
*SET,hb,R*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,db,hmax*TAN(Angulo)
K,1,,R
K,2,,
K,3,Kx6*1E-9,Ky6*1E-9
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,db,hmax-hb
L,3,4

!Geometría de la muestra
*SET,C,120E-9
BLC4,,-100*C,100*C,100*C
LESIZE,5,,.50,1/10,,.1
LESIZE,3,,.50,10,,.1
LESIZE,6,,.40,10,,.1
LESIZE,4,,.40,1/10,,.1

!Mallado de la muestra
AMESH,1
NSEL,R,LOC,Y,0,-C*7
NSEL,R,LOC,X,0,C*12
ESLN
NREFINE,ALL,,,3,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LFILLT,1,2,500E-9

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START

```

```

CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,169
ET,3,172
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
LSEL,S,,,1
LSEL,A,,,2
LSEL,A,,,7
CM,_TARGET,LINE
TYPE,2
LATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
LMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,4
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,4
! Generate the contact surface
LSEL,S,,,5
CM,_CONTACT,LINE
TYPE,3
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET,_REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
LSEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
LSEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/MREP,EPLT
FINISH

/SOL
!Condiciones de frontera
DL,3,,ALL,
DL,6,,SYMM
DK,4,UX,

!Desplazamiento del indentador
DK,4,UY,-57.1E-9

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1

```

```
NSUBST,250,600,100
CNVTOL,U ,,,1E-10
CNVTOL,F, ,,1E-6
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,1
SOLVE
FINISH
```

```
!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1.0
FINISH
```

```
/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,S,,,4
NSLK
*SET,NodoPiloto,NODE(Kx6*1E-9,Ky6*1E-9,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,1E6
PRVAR,3,5
SAVE
FINISH
```

## Anexo 2

INDENTACIÓN 3D CON BERKOVICH DESGASTADO (BK2) 3D  
EN SILICE FUNDIDA ELÁSTICA

```

/UNITS,S1
/PREP7
ET,1,SOLID187

!Propiedades de la muestra
MP,EX,1,72E9
MP,NUXY,1,0.17

!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,R,880E-9
*SET,Rd,933E-9
*SET,h,2000E-9
*SET,theta,77.0313703497
*SET,l,h*TAN(theta)
K,1,0,0,0
K,2,1,h,0
CLOCAL,11,0,,,,,120,
K,3,1,h,0
CSYS,0
CLOCAL,12,0,,,,,-120,
K,4,1,h,0
CSYS,0
L,1,2
L,1,3
L,1,4
L,2,3
L,2,4
L,3,4
LFILLT,3,1,R,
LSTR, 2, 1
!*
LFILLT,2,8,R,
LSTR, 4, 1
LSTR, 3, 1
!*
LFILLT,11,10,R,
LANG, 9, 1,90,,
LANG, 7, 1,90,,
LANG, 12, 1,90,,
FLST,2,15,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-18
LDELE,P51X
LSTR, 2, 1
LSTR, 3, 1
LSTR, 4, 1
LFILLT,2,1,Rd,
LSTR, 3, 1
LSTR, 2, 1
LFILLT,8,3,Rd,
LSTR, 4, 1
LFILLT,11,9,Rd,
FLST,2,9,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-12
LDELE,P51X
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,14
FITEM,5,16
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,15
FITEM,5,19
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,17
FITEM,5,-18
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,7
FITEM,5,9

```

```

KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,6
FITEM,5,8
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,5
FITEM,5,10
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,2,3,3,ORDE,2
FITEM,2,5
FITEM,2,-7
KDELE,P51X
LSTR, 3, 14
LSTR, 2, 15
LSTR, 4, 17
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,13
FITEM,3,17
BSPLIN, ,P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,11
FITEM,3,15
BSPLIN, ,P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,17
FITEM,3,12
FITEM,3,15
BSPLIN, ,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,7
FITEM,2,8
FITEM,2,9
AL,P51X
K,8,0,h,0
KDELE,1
K,1,0,-h,0
L,1,8
BOPTN,KEEP,YES
LINA, 10, 1
*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y
*SET,hb,desgaste
LDELE,10
ADELE,1
KDELE,1
KDELE,5,8,3
K,8,0,hb,0
FLST,2,3,3
FITEM,2,13
FITEM,2,8
FITEM,2,15
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,11
FITEM,2,8
FITEM,2,17
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,12
FITEM,2,8
FITEM,2,14
SPLINE,P51X
LSBL, 9, 14
LDIV,5,,2,0
LSTR, 1, 12
FLST,2,13,4,ORDE,10
FITEM,2,1
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,6
FITEM,2,-10
FITEM,2,12
FITEM,2,-13
FITEM,2,15
FITEM,2,17
FITEM,2,-18
LDELE,P51X
FLST,2,6,3,ORDE,6
FITEM,2,3
FITEM,2,-4

```

```

FITEM,2,11
FITEM,2,13
FITEM,2,-14
FITEM,2,17
KDELE,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,14
FITEM,2,11
FITEM,2,16
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,19
FITEM,2,16
FITEM,2,2
FITEM,2,5
AL,P51X
FLST,3,2,5,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
AGEN, ,P51X, , , , -hb, , , , 1
*SET,p,8
*SET,q,2
LESIZE,11, , , p,q, , , , 1
LESIZE,14, , , p,q, , , , 1
LESIZE,16, , , p,q, , , , 1
*SET,t,8
*SET,s,2
LESIZE,5, , , t,s, , , , 1
LESIZE,2, , , t*(-0.001),s, , , , 1
LESIZE,19, , , t*(-0.001),s, , , , 1

!Geometría de la muestra
*SET,W,2
K,17,0,0,0
K,18,w*1,,
K,19,w*1,-w*h*3,
K,20,0,-w*h*3
FLST,2,4,3
FITEM,2,17
FITEM,2,18
FITEM,2,19
FITEM,2,20
A,P51X
VROTAT,3,,,,,17,20,60,1
APLOT
*SET,m,65
*SET,n,65
LESIZE,1, , , n,m, , , , 1
LESIZE,7, , , n,m, , , , 1
LESIZE,6, , , n,1/m, , , , 1

!Mallado de la muestra
VMESH,ALL

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM, _NODECM,NODE
CM, _ELEMCM,ELEM
CM, _KPCM,KP
CM, _LINECM,LINE
CM, _AREACM,AREA
CM, _VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,1
ASEL,A,,2
CM, _TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
AMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,2
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,2

```

```

! Generate the contact surface
ASEL,S,,,4
CM, _CONTACT,AREA
TYPE,3
NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET, _REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
KEYOPT,3,5,3
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
/MREP,EPLT
FINISH

/SOL

!Condiciones de frontera
DL,9,,ALL
DL,4,,ALL
DA,6,ALL
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,3
FITEM,2,7
DA,P51X,SYMM
DK,2,UX,
DK,2,UZ,

!Desplazamiento del indentador
DK,2,UY,(-56.7E-9)-(3.8E-9)

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U ,,,,1E-10
CNVTOL,F,,,,1E-6
TIME,1
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET,LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1,0
LOCAL,11,0,,,,-90,,
CSYS,11
EXPAND,2,RECT,11,11,-0.0000000000001,2,1,POK,AK,11,1,120,,RECT,11,11,
FINISH

/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,2

```

```
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,Fuerza_FY_uN,,,6E6
PRVAR,3,5
SAVE
FINISH
```



### Anexo 3

!!INDENTACIÓN 2D BERKOVICH CON DESGASTE (BK2) EN  
SÍLICE !FUNDIDA CON COMPORTAMIENTO ELASTOPLÁSTICO

```
/PREP7
ET,1,PLANE182
```

```
!Propiedades de la muestra
KEYOPT,1,1,0
KEYOPT,1,3,1
KEYOPT,1,6,0
KEYOPT,1,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,1,,72E9
MPDATA,PRXY,1,,0.17
TB,BISO,1,1,2
TBTEMP,0
TBDATA,,4.488E9,30E9
```

```
!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,Radio,809.9
*SET,T,0.84
*SET,Angulo,70.32
*SET,hmaximo,Radio
*SET,hbDesgaste,Radio*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,dbDesgaste,hmaximo*TAN(Angulo)
K,1,,Radio
K,2,,
K,3,Radio,Radio
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,-hbDesgaste
K,5,dbDesgaste,hmaximo-hbDesgaste
L,4,5
LINL,1,2
*GET,Kx6,KP,6,LOC,X
*GET,Ky6,KP,6,LOC,Y
KDELE,ALL
*SET,R,Radio*1E-9
*SET,hmax,R
*SET,hb,R*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,db,hmax*TAN(Angulo)
K,1,,R
K,2,,
K,3,Kx6*1E-9,Ky6*1E-9
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,db,hmax-hb
L,3,4
```

```
!Geometría de la muestra
*SET,C,120E-9
BLC4,,-100*C,100*C,100*C
LESIZE,5,,50,1/10,,1
LESIZE,3,,50,10,,1
LESIZE,6,,40,10,,1
LESIZE,4,,40,1/10,,1
```

```
!Mallado de la muestra
AMESH,1
NSEL,R,LOC,Y,0,-C*7
NSEL,R,LOC,X,0,C*12
ESLN
NREFINE,ALL,,,3,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LFILLT,1,2,500E-9
```

```
!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
```

```
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,169
ET,3,172
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
LSEL,S,,,1
LSEL,A,,,2
LSEL,A,,,7
CM,_TARGET,LINE
TYPE,2
LATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
LMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,4
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,4
! Generate the contact surface
LSEL,S,,,5
CM,_CONTACT,LINE
TYPE,3
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET,_REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
LSEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
LSEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/MREP,EPLT
FINISH
```

```
/SOL
```

```
!Condiciones de frontera
DL,3,,ALL,
DL,6,,SYMM
DK,4,UX,
```

```
!Desplazamiento del indentador
DK,4,UY,-220.526719E-9
```

```
!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,100
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U,,,1E-10
```

```

CNVTOL,F,,,1E-6
TIME,1
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0

!Desplazamiento del indentador
DK,4,UY,0,
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,100
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U,,,1E-10
CNVTOL,F,,,1E-6
TIME,2
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1.0
FINISH

/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,S,,,4
NSLK
*SET,NodoPiloto,NODE(Kx6*1E-9,Ky6*1E-9,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,1E6
PRVAR,3,5
SAVE
FINISH

```

## Anexo 4

INDENTACIÓN 3D CON BERKOVICH DESGASTADO (BK2) EN  
SÍLICE FUNDIDA ELASTOPLÁSTICA

/UNITS,SI  
/PREP7  
ET,1,SOLID187

!Propiedades de la muestra  
MP,EX,1,72E9  
MP,NUXY,1,0.17  
TB,BISO,1,1,2  
TBTEMP,0  
TBDATA,,4.488E9,30E9

!Geometría de la punta  
\*AFUN,DEG  
\*SET,R,880E-9  
\*SET,Rd,933E-9  
\*SET,h,2000E-9  
\*SET,theta,77.0313703497  
\*SET,lh\*TAN(theta)  
K,1,0,0,0  
K,2,1,h,0  
CLOCAL,11,0,,,,,120,  
K,3,1,h,0  
CSYS,0  
CLOCAL,12,0,,,,,-120,  
K,4,1,h,0  
CSYS,0  
L,1,2  
L,1,3  
L,1,4  
L,2,3  
L,2,4  
L,3,4  
LFILLT,3,1,R,.  
LSTR, 2, 1  
!\*  
LFILLT,2,8,R,.  
LSTR, 4, 1  
LSTR, 3, 1  
!\*  
LFILLT,11,10,R,.  
LANG, 9, 190,.  
LANG, 7, 190,.  
LANG, 12, 190,.  
FLST,2,15,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-18  
LDELE,P51X  
LSTR, 2, 1  
LSTR, 3, 1  
LSTR, 4, 1  
LFILLT,2,1,Rd,.  
LSTR, 3, 1  
LSTR, 2, 1  
LFILLT,8,3,Rd,.  
LSTR, 4, 1  
LFILLT,11,9,Rd,.  
FLST,2,9,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-12  
LDELE,P51X  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,14  
FITEM,5,16  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,15  
FITEM,5,19  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,17  
FITEM,5,-18  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
ALLSEL,ALL

FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,7  
FITEM,5,9  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,6  
FITEM,5,8  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,5  
FITEM,5,10  
KSEL,S,.,P51X  
NUMMRG,KP  
ALLSEL,ALL  
FLST,2,3,3,ORDE,2  
FITEM,2,5  
FITEM,2,-7  
KDELE,P51X  
LSTR, 3, 14  
LSTR, 2, 15  
LSTR, 4, 17  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,14  
FITEM,3,13  
FITEM,3,17  
BSPLIN, P51X  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,14  
FITEM,3,11  
FITEM,3,15  
BSPLIN, P51X  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,17  
FITEM,3,12  
FITEM,3,15  
BSPLIN, P51X  
FLST,2,3,4  
FITEM,2,7  
FITEM,2,8  
FITEM,2,9  
AL,P51X  
K,8,0,h,0  
KDELE,1  
K,1,0,-h,0  
L,1,8  
BOPTN,KEEP,YES  
LINA, 10, 1  
\*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y  
\*SET,hb,desgaste  
LDELE,10  
ADELE,1  
KDELE,1  
KDELE,5,8,3  
K,8,0,hb,0  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,13  
FITEM,2,8  
FITEM,2,15  
SPLINE,P51X  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,11  
FITEM,2,8  
FITEM,2,17  
SPLINE,P51X  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,12  
FITEM,2,8  
FITEM,2,14  
SPLINE,P51X  
LSBL, 9, 14  
LDIV,5,.,2,0  
LSTR, 1, 12  
FLST,2,13,4,ORDE,10  
FITEM,2,1  
FITEM,2,3  
FITEM,2,-4  
FITEM,2,6  
FITEM,2,-10  
FITEM,2,12  
FITEM,2,-13  
FITEM,2,15  
FITEM,2,17  
FITEM,2,-18  
LDELE,P51X

```

FLST,2,6,3,ORDE,6
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,11
FITEM,2,13
FITEM,2,-14
FITEM,2,17
KDELE,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,14
FITEM,2,11
FITEM,2,16
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,19
FITEM,2,16
FITEM,2,2
FITEM,2,5
AL,P51X
FLST,3,2,5,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
AGEN, P51X, , , -hb, , , 1
*SET,p,8
*SET,q,2
LESIZE,11, , , p,q, , , 1
LESIZE,14, , , p,q, , , 1
LESIZE,16, , , p,q, , , 1
*SET,t,8
*SET,s,2
LESIZE,5, , , t,s, , , 1
LESIZE,2, , , t*(-0.001),s, , , 1
LESIZE,19, , , t*(-0.001),s, , , 1

```

!Geometría de la muestra

```

*SET,W,2
K,17,0,0,0
K,18,w*1,
K,19,w*1,-w*h*3,
K,20,0,-w*h*3
FLST,2,4,3
FITEM,2,17
FITEM,2,18
FITEM,2,19
FITEM,2,20
A,P51X
VROTAT,3, , , , 17,20,60,1
APLOT
*SET,m,65
*SET,n,65
LESIZE,1, , , n,m, , , 1
LESIZE,7, , , n,m, , , 1
LESIZE,6, , , n,1/m, , , 1

```

!Mallado del modelo  
VMESH,ALL

!Superficies de contacto

```

/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,,1
ASEL,A,,,2
CM,_TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
AMESH,ALL

```

```

! Create a pilot node
KSEL,S,,,2
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,2
! Generate the contact surface
ASEL,S,,,4

```

```

CM,_CONTACT,AREA
TYPE,3
NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET,_REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - START
KEYOPT,3,5,3
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
FINISH

```

/SOL

!Condiciones de frontera

```

DL,9,,ALL
DL,4,,ALL
DA,6,ALL
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,3
FITEM,2,7
DA,P51X,SYMM
DK,2,UX,
DK,2,UZ,

```

!Desplazamiento del indentador

```

DK,2,UY,(-220.526719E-9)-(3.3E-9)
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,100
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U ,,,,1E-10
CNVTOL,F,,,,1E-6
TIME,1
SOLVE

```

```

ANTYPE,,REST,,0
DK,2, UY,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,100
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U ,,,,1E-10
CNVTOL,F,,,,1E-6
TIME,2
SOLVE
FINISH

```

```
!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET, 1
PLNSOL, EPTO, EQV, 0, 1, 0
LOCAL, 11, 0, , , -90, ,
CSYS, 11
/EXPAND, 2, RECT, HALF, , , 0 0000000000001, 2, 1, POLAR, FULL, , 120, , RECT, FULL, , , , RECT, FULL,
FINISH
```

```
/POST26
*SET, NodoC, NODE(0, 0, 0)
NSOL, 2, NodoC, U, Y, Desplazamiento
ABS, 3, 2, , , Desplazamiento_UY_nm, , 1E9
KSEL, s, , 2
NSLK, s
*SET, NodoPiloto, NODE(1, h, 0)
ALLSEL, ALL
RFORCE, 4, NodoPiloto, F, Y,
ABS, 5, 4, , , Fuerza_FY_uN, , 6E6
PRVAR, 3, 5
SAVE
FINISH
```



## Anexo 5

INDENTACIÓN CON BERKOVICH DESGASTADO (BK1) EN  
116YT<sub>a</sub>SZ ELASTOPLÁSTICA A CARGAS BAJAS

/UNITS,SI  
/PREP7  
ET,1,SOLID187

!Propiedades de la muestra  
MP,EX,1,235E9  
MP,NUXY,1,0.25  
TB,PLASTIC,1,2,3,MISO  
TBTEMP,0.0  
TBPT,DEF1,0.0,5.74E9  
TBPT,DEF1,0.0145,8.89E9  
TBPT,DEF1,1,2500E9

!Geometria de la punta  
\*AFUN,DEG  
\*SET,R,900E-9  
\*SET,Rd,900E-9  
\*SET,h,2000E-9  
\*SET,theta,73  
\*SET,lh\*TAN(theta)  
K,1,0,0,0  
K,2,l,h,0  
CLOCAL,11,0,,,,,120,  
K,3,l,h,0  
CSYS,0  
CLOCAL,12,0,,,,,-120,  
K,4,l,h,0  
CSYS,0  
L,1,2  
L,1,3  
L,1,4  
L,2,3  
L,2,4  
L,3,4  
LFILLT,3,1,R,  
LSTR, 2, 1  
!\*  
LFILLT,2,8,R,  
LSTR, 4, 1  
LSTR, 3, 1  
!\*  
LFILLT,11,10,R,  
LANG, 9, 1,90,  
LANG, 7, 1,90,  
LANG, 12, 1,90,  
FLST,2,15,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-18  
LDELE,P51X  
LSTR, 2, 1  
LSTR, 3, 1  
LSTR, 4, 1  
LFILLT,2,1,Rd,  
LSTR, 3, 1  
LSTR, 2, 1  
LFILLT,8,3,Rd,  
LSTR, 4, 1  
LFILLT,11,9,Rd,  
FLST,2,9,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-12  
LDELE,P51X  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,14  
FITEM,5,16  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,15  
FITEM,5,19  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,17  
FITEM,5,-18  
KSEL,S,,P51X

NUMMRG,KP  
ALLSEL,ALL  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,7  
FITEM,5,9  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,6  
FITEM,5,8  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,5  
FITEM,5,10  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
ALLSEL,ALL  
FLST,2,3,3,ORDE,2  
FITEM,2,5  
FITEM,2,-7  
KDELE,P51X  
LSTR, 3, 14  
LSTR, 15, 2  
LSTR, 4, 17  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,14  
FITEM,3,13  
FITEM,3,17  
BSPLIN,,P51X  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,14  
FITEM,3,11  
FITEM,3,15  
BSPLIN,,P51X  
FLST,3,3,3  
FITEM,3,17  
FITEM,3,12  
FITEM,3,15  
BSPLIN,,P51X  
FLST,2,3,4  
FITEM,2,7  
FITEM,2,8  
FITEM,2,9  
AL,P51X  
K,8,0,h,0  
KDELE,1  
K,1,0,-h,0  
L,1,8  
BOPTN,KEEP,YES  
LINA, 10, 1  
\*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y  
\*SET,hb,desgaste  
LDELE,10  
ADELE,1  
KDELE,1  
KDELE,5,8,3  
K,8,0,hb,0  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,13  
FITEM,2,8  
FITEM,2,15  
SPLINE,P51X  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,11  
FITEM,2,8  
FITEM,2,17  
SPLINE,P51X  
FLST,2,3,3  
FITEM,2,12  
FITEM,2,8  
FITEM,2,14  
SPLINE,P51X  
LSBL, 9, 14  
LDIV,5,,2,0  
LSTR, 12, 1  
FLST,2,13,4,ORDE,10  
FITEM,2,1  
FITEM,2,3  
FITEM,2,-4  
FITEM,2,6  
FITEM,2,-10  
FITEM,2,12  
FITEM,2,-13  
FITEM,2,15  
FITEM,2,17

```

FITEM,2,-18
LDELE,P51X
FLST,2,6,3,ORDE,6
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,11
FITEM,2,13
FITEM,2,-14
FITEM,2,17
KDELE,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,14
FITEM,2,11
FITEM,2,16
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,19
FITEM,2,16
FITEM,2,2
FITEM,2,5
AL,P51X
FLST,3,2,5,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
AGEN, ,P51X, , , -hb, , , , 1
*SET,p,8
*SET,q,2
LESIZE,11, , , p,q, , , , 1
LESIZE,14, , , p,q, , , , 1
LESIZE,16, , , p,q, , , , 1
*SET,t,8
*SET,s,8
LESIZE,5, , , t,s/2, , , , 1
LESIZE,2, , , t*(1),s, , , , 1
LESIZE,19, , , t*(1),s, , , , 1

!Geometría de la muestra
*SET,W,2
K,17,0,0,0
K,18,w*1,,
K,19,w*1,-w*h*3,
K,20,0,-w*h*3
FLST,2,4,3
FITEM,2,17
FITEM,2,18
FITEM,2,19
FITEM,2,20
A,P51X
VROTAT,3, , , , 17,20,60,1
APLOT
*SET,m,65
*SET,n,65
LESIZE,1, , , n,m, , , , 1
LESIZE,7, , , n,m, , , , 1
LESIZE,6, , , n,l/m, , , , 1

!Mallado del modelo
VMESH,ALL

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM, _NODECM,NODE
CM, _ELEMCM,ELEM
CM, _KPCM,KP
CM, _LINECM,LINE
CM, _AREACM,AREA
CM, _VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,,1
ASEL,A,,,2
CM, _TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2

```

```

AMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,2
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,2
! Generate the contact surface
ASEL,S,,,4
CM, _CONTACT,AREA
TYPE,3
NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET, _REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A, _NODECM
CMDEL, _NODECM
CMSEL,A, _ELEMCM
CMDEL, _ELEMCM
CMSEL,S, _KPCM
CMDEL, _KPCM
CMSEL,S, _LINECM
CMDEL, _LINECM
CMSEL,S, _AREACM
CMDEL, _AREACM
CMSEL,S, _VOLUCM
CMDEL, _VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL, _TARGET
CMDEL, _CONTACT
ASEL,S, , , 2
ESLA,S
NSLA,S
ESURF,,REVERSE
ALLSEL,ALL
KEYOPT,3,5,3
KEYOPT,3,9,1
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
FINISH

/SOL

!Condiciones de frontera
DA,6,ALL
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,3
FITEM,2,7
DA,P51X,SYMM
DK,2,UX,
DK,2,UZ,

!Desplazamiento del indentador
DK,2,UY,-30E-9-1.2E-9
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U ,,,,1E-10
CNVTOL,F,,,,1E-6
TIME,1
SOLVE

ANTYPE,,REST,,0

!Desplazamiento del indentador
DK,2, UY,0,
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U ,,,,1E-10
CNVTOL,F,,,,1E-6

```

```

TIME,2
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET, 1
PLNSOL, EPTO, EQV, 0, 1, 0
LOCAL, 11, 0, , , , -90, ,
CSYS, 11
/EXPAND, 2, RECT, HALF, , , 0 000000000000001, 2, 1, POI, AR, FULL, , 120, , RFCT, FULL, , , , RECT, FULL,
FINISH

/POST26
*SET, NodoC, NODE(0, 0, 0)
NSOL, 2, NodoC, U, Y, Desplazamiento
ABS, 3, 2, , , Desplazamiento_UY_nm, , , 1E9
KSEL, s, , 2
NSLK, s
*SET, NodoPiloto, NODE(1, h, 0)
ALLSEL, ALL
RFORCE, 4, NodoPiloto, F, Y,
ABS, 5, 4, , , Fuerza_FY_uN, , , 6E6
PRVAR, 3, 5
SAVE
FINISH

```



## Anexo 6

INDENTACIÓN 3D CON BERKOVICH DESGASTADO (BK1) EN  
 !!6YTaSZ ELASTOPLÁSTICA A CARGAS ALTAS

```

/UNITS,SI
/PREP7
ET,1,SOLID187

!Propiedades de la muestra
MP,EX,1,225E9
MP,NUXY,1,0.25
TB,PLASTIC,1,2,3,MISO
TBTEMP,0.0
TBPT,DEFL,0.0,5.74E9
TBPT,DEFL,0.0145,8.89E9
TBPT,DEFL,1,150E9

!Geometria de la punta
*AFUN,DEG
*SET,R,900E-9
*SET,Rd,900E-9
*SET,h,2000E-9
*SET,theta,73
*SET,lh*TAN(theta)
K,1,0,0,0
K,2,l,h,0
CLOCAL,11,0,,,,,120,
K,3,l,h,0
CSYS,0
CLOCAL,12,0,,,,,-120,
K,4,l,h,0
CSYS,0
L,1,2
L,1,3
L,1,4
L,2,3
L,2,4
L,3,4
LFILLT,3,1,R,
LSTR, 2, 1
!*
LFILLT,2,8,R,
LSTR, 4, 1
LSTR, 3, 1
!*
LFILLT,11,10,R,
LANG, 9, 190,
LANG, 7, 190,
LANG, 12, 190,
FLST,2,15,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-18
LDELE,P51X
LSTR, 2, 1
LSTR, 3, 1
LSTR, 4, 1
LFILLT,2,1,Rd,
LSTR, 3, 1
LSTR, 2, 1
LFILLT,8,3,Rd,
LSTR, 4, 1
LFILLT,11,9,Rd,
FLST,2,9,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-12
LDELE,P51X
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,14
FITEM,5,16
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,15
FITEM,5,19
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,17
FITEM,5,-18
KSEL,S,,P51X

```

```

NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,7
FITEM,5,9
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,6
FITEM,5,8
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,5
FITEM,5,10
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,2,3,3,ORDE,2
FITEM,2,5
FITEM,2,-7
KDELE,P51X
LSTR, 3, 14
LSTR, 15, 2
LSTR, 4, 17
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,13
FITEM,3,17
BSPLIN, P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,11
FITEM,3,15
BSPLIN, P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,17
FITEM,3,12
FITEM,3,15
BSPLIN, P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,7
FITEM,2,8
FITEM,2,9
AL,P51X
K,8,0,h,0
KDELE,1
K,1,0,-h,0
L,1,8
BOPTN,KEEP,YES
LINA, 10, 1
*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y
*SET,hb,desgaste
LDELE,10
ADELE,1
KDELE,1
KDELE,5,8,3
K,8,0,hb,0
FLST,2,3,3
FITEM,2,13
FITEM,2,8
FITEM,2,15
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,11
FITEM,2,8
FITEM,2,17
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,12
FITEM,2,8
FITEM,2,14
SPLINE,P51X
LSBL, 9, 14
LDIV,5,,2,0
LSTR, 12, 1
FLST,2,13,4,ORDE,10
FITEM,2,1
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,6
FITEM,2,-10
FITEM,2,12
FITEM,2,-13
FITEM,2,15
FITEM,2,17

```

```

FITEM,2,-18
LDELE,P51X
FLST,2,6,3,ORDE,6
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,11
FITEM,2,13
FITEM,2,-14
FITEM,2,17
KDELE,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,14
FITEM,2,11
FITEM,2,16
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,19
FITEM,2,16
FITEM,2,2
FITEM,2,5
AL,P51X
FLST,3,2,5,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
AGEN, P51X, , , , -hb, , , , 1
*SET,p,8
*SET,q,2
LESIZE,11, , , p,q, , , , 1
LESIZE,14, , , p,q, , , , 1
LESIZE,16, , , p,q, , , , 1
*SET,t,8
*SET,s,8
LESIZE,5, , , t,s/2, , , , 1
LESIZE,2, , , t*(1),s, , , , 1
LESIZE,19, , , t*(1),s, , , , 1

!Geometría de la muestra
*SET,w,2
K,17,0,0,0
K,18,w*1,
K,19,w*1,-w*h*3,
K,20,0,-w*h*3
FLST,2,4,3
FITEM,2,17
FITEM,2,18
FITEM,2,19
FITEM,2,20
A,P51X
VROTAT,3, , , , 17,20,60,1
APLOT
*SET,m,65
*SET,n,65
LESIZE,1, , , n,m, , , , 1
LESIZE,7, , , n,m, , , , 1
LESIZE,6, , , n,1/m, , , , 1

!Mallado del modelo
VMESH,ALL

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM, _NODECM,NODE
CM, _ELEMCM,ELEM
CM, _KPCM,KP
CM, _LINECM,LINE
CM, _AREACM,AREA
CM, _VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,,1
ASEL,A,,,2
CM, _TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2

AMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,2
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,2
! Generate the contact surface
ASEL,S,,,4
CM, _CONTACT,AREA
TYPE,3
NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET, REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
ASEL,S, , , 2
ESLA,S
NSLA,S
ESURF,,REVERSE
ALLSEL,ALL
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - START
KEYOPT,3,5,3
KEYOPT,3,9,1
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
FINISH

/SOL

!Condiciones de frontera
DA,6,ALL
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,3
FITEM,2,7
DA,P51X,SYMM
DK,2,UX,
DK,2,UZ,

!Desplazamiento del indentador
DK,2,UY,-52.8E-9-2.2E-9

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U , , , 1E-10
CNVTOL,F, , , , 1E-6
TIME,1
SOLVE

ANTYPE,,REST,,0
!Desplazamiento del indentador
DK,2, UY,0
!Condiciones de solución
NLGEOM,1

```

```
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
CNVTOL,U,,,1E-10
CNVTOL,F,,,1E-6
TIME,2
SOLVE
FINISH
```

```
!Presentación de resultados
/POST1
SET,LAST
/EFACET,1
PLNSOL,EPTO,EQV,0,1,0
LOCAL,11,0,,,,-90,,
CSYS,11
/EXPAND,2,RECT,HALF,,,0.000000000000001,2,1,POLAR,FULL,120,RECT,FULL,,,,,RECT,FULL
FINISH
```

```
/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,2
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y
ABS,5,4,,Fuerza_FY_uN,,,6E6
PRVAR,3,5
SAVE
FINISH
```



## Anexo 7

INDENTACIÓN 3D CON PUNTA ESFEROCÓNICA (CON3) EN  
 16YT<sub>a</sub>SZ ELASTOPLÁSTICA A CARGAS BAJAS

```
/UNITS,SI
/PREP7
ET,1,PLANE182
```

```
!Propiedades de la muestra
KEYOPT,1,1,0
KEYOPT,1,3,1
KEYOPT,1,6,0
KEYOPT,1,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,1,,244E9
MPDATA,PRXY,1,,0.25
TB,PLASTIC,1,2,3,MISO
TBTEMP,0,0
TBPT,DEFL,0,0,3260E6
TBPT,DEFL,0,00294,5670E6
TBPT,DEFL,1,200E8
```

```
ET,2,PLANE182
```

```
!Propiedades de la punta
KEYOPT,2,1,0
KEYOPT,2,3,1
KEYOPT,2,6,0
KEYOPT,2,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,2,,1140E9
MPDATA,PRXY,2,,0.07
```

```
!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,Radio,3.7
*SET,T,1
*SET,Angulo,45
*SET,hmaximo,Radio
*SET,hbDesgaste,Radio*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,dbDesgaste,hmaximo*TAN(Angulo)
K,1,,Radio
K,2,,
K,3,Radio,Radio
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,,-hbDesgaste
K,5,dbDesgaste,hmaximo-hbDesgaste
L,4,5
LINL,1,2
*GET,Kx6,KP,6,LOC,X
*GET,Ky6,KP,6,LOC,Y
KDELE,ALL
```

```
!Radio de transición=3.7micras
*SET,R,Radio*1E-6
*SET,hmax,R
*SET,hb,R*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,db,hmax*TAN(Angulo)
K,1,,R
K,2,,
K,3,Kx6*1E-6,Ky6*1E-6
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,db,hmax-hb
L,3,4
```

```
!Geometría de la muestra
*SET,C,98.642486E-9
BLC4,,-300*C,300*C,300*C
ADELE,1
LDELE,3,6,1
K,30,0,0,0
L,5,6
L,6,7
L,7,30
```

```
L,30,5
AL,3,4,5,6
```

```
!Mallado de la muestra
LESIZE,5,,.50,1/10,,.1
LESIZE,3,,.50,10,,.1
LESIZE,6,,.40,10,,.1
LESIZE,4,,.40,1/10,,.1
AMESH,1
NSEL,R,LOC,Y,0,-C*20
NSEL,R,LOC,X,0,C*30
ESLN
NREFINE,ALL,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LSEL,S,,5
NSLL
ESLN
NSEL,R,LOC,X,0,C*7.42
ESLN
NREFINE,ALL,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
```

```
!Geometría de la punta
FLST,3,2,4,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
FLST,3,2,4,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
LGEN, ,P51X, , , ,11e-9, , , ,1
```

```
!Radio del indentador
*SET,Radio2,3.338E-6
K,9,,Radio2
K,10,,
K,11,Radio2,Radio2
KWPAVE,9
CSWPLA,11,1,1,1,
L,10,11
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
LINL,1,7
KWPAVE,9
CSWPLA,11,1,1,1,
L,8,12
KWPAVE,1
L,12,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
LFILLT,7,1,10E-6
KDELE,1,2,1
KDELE,9
*GET,Ky4,KP,4,LOC,Y
K,1,,Ky4
L,1,4
L,1,8
AL,1,8,7,2,9,10
```

```
!Mallado de la punta
ESIZE,20E-8
AATT,2,2
AMESH,2
LSEL,S,,1,8,7
NSLL
ESLN
NREFINE,ALL,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LSEL,S,,7
LSEL,A,,1,8,7
NSLL
ESLN
NREFINE,ALL,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
```

```
!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
```

```

MAT,1
MP,EMIS,1,7.88860905221e-031
R,3
REAL,3
ET,3,169
ET,4,172
R,3,,1.0,0.1,0,
RMORE,,1.0E20,0.0,1.0,
RMORE,0.0,0,1.0,,1.0,0.5
RMORE,0,1.0,1.0,0.0,,1.0
KEYOPT,4,3,0
KEYOPT,4,4,0
KEYOPT,4,5,3
KEYOPT,4,7,0
KEYOPT,4,8,0
KEYOPT,4,9,0
KEYOPT,4,10,2
KEYOPT,4,11,0
KEYOPT,4,12,0
KEYOPT,4,2,0
! Generate the target surface
LSEL,S,,1
LSEL,A,,2
LSEL,A,,7
LSEL,A,,8
CM,_TARGET,LINE
TYPE,3
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
CMSEL,S,_ELEMCM
! Generate the contact surface
LSEL,S,,5
CM,_CONTACT,LINE
TYPE,4
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,3
ESEL,A,TYPE,,4
ESEL,R,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,3
ESEL,A,TYPE,,4
ESEL,R,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/MREP,EPLT
FINISH

/SOL

!Condiciones de frontera
DL,3, ,ALL,
DL,6, ,SYMM
DL,10,2,SYMM
DL,9,2, UX,

!Desplazamiento del indentador
DL,9,2, UY,-52E-9-(11.7E-9)

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE

```

```

OUTRES,ALL,2
TIME,1
SOLVE

!Condiciones de solución
ANTYPE,,REST,,,0
DL,9,2, UY,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,2
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET,FIRST
*DO,Set,0,152,1
SET,,1,, ,Set
*SET,strout,STRCAT('RForce',CHRVAL(Set))
FSUM,,BOTH
*GET,fuerza_fy,FSUM,,ITEM,FY
*SET,fuerza_fy_uN,Fuerza_FY*(-1e6)
*cfopen,STROUT,txt
*vwrite,fuerza_fy
(F10.8)
*cfclose
*ENDDO
SET,LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1.0
FINISH

/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,Desplazamiento_UY_nm,,1E9
ALLSEL,ALL
PRVAR,3
FINISH

```

## Anexo 8

INDENTACIÓN 3D CON PUNTA ESFEROCÓNICA (CON3) EN  
16YT&SZ ELASTOPLÁSTICA A CARGAS ALTAS

```
UNITS,SI
/PREP7
ET,1,PLANE182
```

```
!Propiedades de la muestra
KEYOPT,1,1,0
KEYOPT,1,3,1
KEYOPT,1,6,0
KEYOPT,1,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,1,,244E9
MPDATA,PRXY,1,,0.25
TB,PLASTIC,1,2,3,MISO
TBTEMP,0.0
TBPT,DEFL,0.0,3260E6
!TBPT,DEFL,0.0029,3260.00001E6
TBPT,DEFL,0.00294,5670E6
TBPT,DEFL,1,200E8
```

```
ET,2,PLANE182
```

```
!Propiedades de la punta
KEYOPT,2,1,0
KEYOPT,2,3,1
KEYOPT,2,6,0
KEYOPT,2,10,0
MPTEMP,1,0
MPDATA,EX,2,,1140E9
MPDATA,PRXY,2,,0.07
```

```
!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,Radio,3.7
*SET,T,1
*SET,Angulo,45
*SET,hmaximo,Radio
*SET,hbDesgaste,Radio*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,dbDesgaste,hmaximo*TAN(Angulo)
K,1,,Radio
K,2,,
K,3,Radio,Radio
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,-hbDesgaste
K,5,dbDesgaste,hmaximo-hbDesgaste
L,4,5
LINL,1,2
*GET,Kx6,KP,6,LOC,X
*GET,Ky6,KP,6,LOC,Y
KDELE,ALL
```

```
!Radio de transición=3.7micras
*SET,R,Radio*1E-6
*SET,hmax,R
*SET,hb,R*((1/SIN(Angulo))-1)*T
*SET,db,hmax*TAN(Angulo)
K,1,,R
K,2,,
K,3,Kx6*1E-6,Ky6*1E-6
KWPAVE,1
CSWPLA,11,1,1,1,
L,2,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
K,4,db,hmax-hb
L,3,4
```

```
!Geometría de la muestra
*SET,C,98.642486E-9
BLC4,,-300*C,300*C,300*C
ADELE,1
LDELE,3,6,1
K,30,0,0,0
L,5,6
L,6,7
```

```
L,7,30
L,30,5
AL,3,4,5,6
```

```
!Mallado de la muestra
LESIZE,5,,50,1/10,,1
LESIZE,3,,50,10,,1
LESIZE,6,,40,10,,1
LESIZE,4,,40,1/10,,1
AMESH,1
NSEL,R,LOC,Y,0,-C*20
NSEL,R,LOC,X,0,C*30
ESLN
NREFINE,ALL,,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LSEL,S,,,5
NSLL
ESLN
NSEL,R,LOC,X,0,C*7.42
ESLN
NREFINE,ALL,,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
```

```
!Geometría de la punta
FLST,3,2,4,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
FLST,3,2,4,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
LGEN,,P51X,,11e-9,,1
```

```
!Radio del indentador
*SET,Radio2,3.338E-6
K,9,,Radio2
K,10,,
K,11,Radio2,Radio2
KWPAVE,9
CSWPLA,11,1,1,1,
L,10,11
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
LINL,1,7
KWPAVE,9
CSWPLA,11,1,1,1,
L,8,12
KWPAVE,1
L,12,3
CSYS,0
WPCSYS,-1,0
WPAVE,0,0,0
LFILLT,7,1,10E-6
KDELE,1,2,1
KDELE,9
*GET,Ky4,KP,4,LOC,Y
K,1,,Ky4
L,1,4
L,1,8
AL,1,8,7,2,9,10
```

```
!Mallado de la punta
ESIZE,20E-8
AATT,2,2
AMESH,2
LSEL,S,,,1,8,7
NSLL
ESLN
NREFINE,ALL,,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
LSEL,S,,,7
LSEL,A,,,1,8,7
NSLL
ESLN
NREFINE,ALL,,,5,,CLEAN,OFF
ALLSEL,ALL
```

```
!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
```

```

MP,MU,1,
MAT,1
MP,EMIS,1,7.88860905221e-031
R,3
REAL,3
ET,3,169
ET,4,172
R,3,,,1.0,0.1,0,
RMORE,,,1.0E20,0.0,1.0,
RMORE,0.0,0,1.0,,1.0,0.5
RMORE,0,1.0,1.0,0.0,,1.0
KEYOPT,4,3,0
KEYOPT,4,4,0
KEYOPT,4,5,3
KEYOPT,4,7,0
KEYOPT,4,8,0
KEYOPT,4,9,0
KEYOPT,4,10,2
KEYOPT,4,11,0
KEYOPT,4,12,0
KEYOPT,4,2,0
! Generate the target surface
LSEL,S,,,1
LSEL,A,,,2
LSEL,A,,,7
LSEL,A,,,8
CM,_TARGET,LINE
TYPE,3
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
CMSEL,S,_ELEMCM
! Generate the contact surface
LSEL,S,,,5
CM,_CONTACT,LINE
TYPE,4
NSLL,S,1
ESLN,S,0
ESURF
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,3
ESEL,A,TYPE,,4
ESEL,R,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,3
ESEL,A,TYPE,,4
ESEL,R,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
/MREP,EPLOT
FINISH

/SOL
!Condiciones de frontera
DL,3,,ALL,
DL,6,,SYMM
DL,10,2,SYMM
DL,9,2,UX,

!Desplazamiento del indentador
DL,9,2,UY,-52E-9-(11.7E-9)

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE

```

```

OUTRES,ALL,2
TIME,1
SOLVE

!Condiciones de solución
ANTYPE,,REST,,,0
DL,9,2,UY,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,2
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET,FIRST
*DO,Set,0,18,1
SET,,,1,,,Set
*SET,strout,STRCAT('RForce',CHRVAL(Set))
FSUM,,BOTH
*GET,fuerza_fy,FSUM,,ITEM,FY
*SET,fuerza_fy_uN,Fuerza_FY*(-1e6)
*cfopen,STROUT.txt
*vwrite,fuerza_fy
(F10.8)
*cfclose
*ENDDO
SET,LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1.0
FINISH

/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
ALLSEL,ALL
PRVAR,3
FINISH

```

## Anexo 9

INDENTACIÓN 3D CON CUBE CORNER (CC) EN SÍLICE  
FUNDIDA ELÁSTICA

```

/UNITS,SI
/PREP7
ET,1,SOLID187

!Propiedades de la muestra
MP,EX,1,72E9
MP,NUXY,1,0.17

!Geometría de la punta
*AFUN,DEG
*SET,R,780E-9
*SET,Rd,733E-9
*SET,h,550E-9
*SET,theta,54.7356103172
*SET,l,h*TAN(theta)
K,1,0,0,0
K,2,l,h,0
CLOCAL,11,0,,,,,120,
K,3,l,h,0
CSYS,0
CLOCAL,12,0,,,,,-120,
K,4,l,h,0
CSYS,0
L,1,2
L,1,3
L,1,4
L,2,3
L,2,4
L,3,4
LFILLT,3,1,R,
LSTR, 2, 1
LFILLT,2,8,R,
LSTR, 4, 1
LSTR, 3, 1
LFILLT,11,10,R,
LANG, 9, 190,,
LANG, 7, 190,,
LANG, 12, 190,,
FLST,2,15,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-18
LDELE,P51X
LSTR, 2, 1
LSTR, 3, 1
LSTR, 4, 1
LFILLT,2,1,Rd,
LSTR, 3, 1
LSTR, 2, 1
LFILLT,8,3,Rd,
LSTR, 4, 1
LFILLT,11,9,Rd,
FLST,2,9,4,ORDE,4
FITEM,2,1
FITEM,2,-3
FITEM,2,7
FITEM,2,-12
LDELE,P51X
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,14
FITEM,5,16
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,15
FITEM,5,19
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,17
FITEM,5,-18
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,7
FITEM,5,9
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP

```

```

FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,6
FITEM,5,8
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,5
FITEM,5,10
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,2,3,3,ORDE,2
FITEM,2,5
FITEM,2,-7
KDELE,P51X
LSTR, 3, 14
LSTR, 2, 15
LSTR, 4, 17
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,13
FITEM,3,17
BSPLIN,,P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,14
FITEM,3,11
FITEM,3,15
BSPLIN,,P51X
FLST,3,3,3
FITEM,3,17
FITEM,3,12
FITEM,3,15
BSPLIN,,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,7
FITEM,2,8
FITEM,2,9
AL,P51X
K,8,0,h,0
KDELE,1
K,1,0,-h,0
L,1,8
BOPTN,KEEP,YES
LINA, 10, 1
*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y
*SET,hb,desgaste
LDELE,10
ADELE,1
KDELE,1
KDELE,5,8,3
K,8,0,hb,0
FLST,2,3,3
FITEM,2,13
FITEM,2,8
FITEM,2,15
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,11
FITEM,2,8
FITEM,2,17
SPLINE,P51X
FLST,2,3,3
FITEM,2,12
FITEM,2,8
FITEM,2,14
SPLINE,P51X
LSBL,, 9, 14
LDIV,5,,2,0
LSTR, 1, 12
FLST,2,13,4,ORDE,10
FITEM,2,1
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,6
FITEM,2,-10
FITEM,2,12
FITEM,2,-13
FITEM,2,15
FITEM,2,17
FITEM,2,-18
LDELE,P51X
FLST,2,6,3,ORDE,6
FITEM,2,3
FITEM,2,-4
FITEM,2,11
FITEM,2,13

```

```

FITEM,2,-14
FITEM,2,17
KDELE,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,14
FITEM,2,11
FITEM,2,16
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,19
FITEM,2,16
FITEM,2,2
FITEM,2,5
AL,P51X
FLST,3,2,5,ORDE,2
FITEM,3,1
FITEM,3,-2
AGEN, ,P51X, , , , -hb, , , , 1
*SET,p,8
*SET,q,2
LESIZE,11, , , p,q, , , , 1
LESIZE,14, , , p,q, , , , 1
LESIZE,16, , , p,q, , , , 1
*SET,t,8
*SET,s,2
LESIZE,5, , , t,s, , , , 1
LESIZE,2, , , t*(-0.001),s, , , , 1
LESIZE,19, , , t*(-0.001),s, , , , 1

!Geometría de la muestra
*SET,W,2
K,17,0,0,0
K,18,w*1,
K,19,w*1,-w*h*1,
K,20,0,-w*h*1
FLST,2,4,3
FITEM,2,17
FITEM,2,18
FITEM,2,19
FITEM,2,20
A,P51X
VROTAT,3, , , , , 17,20,60,1
APLOT
*SET,m,65
*SET,n,65
LESIZE,1, , , n,m, , , , 1
LESIZE,7, , , n,m, , , , 1
LESIZE,6, , , n,1/m, , , , 1
!Mallado del modelo
VMESH,ALL

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM, _NODECM,NODE
CM, _ELEMCM,ELEM
CM, _KPCM,KP
CM, _LINECM,LINE
CM, _AREACM,AREA
CM, _VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,1
ASEL,A,,2
CM, _TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
AMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,2
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,2
! Generate the contact surface
ASEL,S,,4
CM, CONTACT,AREA

```

```

TYPE,3
NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET, REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A, _NODECM
CMDEL, _NODECM
CMSEL,A, _ELEMCM
CMDEL, _ELEMCM
CMSEL,S, _KPCM
CMDEL, _KPCM
CMSEL,S, _LINECM
CMDEL, _LINECM
CMSEL,S, _AREACM
CMDEL, _AREACM
CMSEL,S, _VOLUCM
CMDEL, _VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL, _TARGET
CMDEL, _CONTACT
KEYOPT,3,5,3
KEYOPT,3,9,1
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
/MREP,EPLLOT
FINISH

/SOL
!Condiciones de frontera
DA,6,ALL
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,3
FITEM,2,7
DA,P51X,SYMM
DK,2,UX,
DK,2,UZ,

!Desplazamiento del indcador
DK,2,UY,-17E-9-2.5E-9

!Condiciones de solución
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,1
SOLVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET,1
PLNSOL, EPTO,EQV, 0,1,0
LOCAL,11,0, , , , -90,
CSYS,11
/EXPAND,2,RECT,HAI,F,,0 0000000000001,2,1POLAR,FULL,120,_RECT,FULL, , , , , RECT,FULL
FINISH

/POST26
*SET,NodoC,NODE(0,0,0)
NSOL,2,NodoC,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,Desplazamiento_UY_nm,,1E9
KSEL,s,,2
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,Fuerza_FY_uN,,6E6
PRVAR,3,5
FINISH

```

## Anexo 10

!INDENTACIÓN 3D CON CUBE CORNER (CC) EN BaTiO3  
!ELASTOPLÁSTICA

/UNITS,SI  
/PREP7  
ET,1,SOLID185

!Propiedades de la muestra  
KEYOPT,1,1,0  
KEYOPT,1,6,0  
KEYOPT,1,10,0

!outplane global  
MP,EX,1,158E9  
MP,PRXY,1,0.35  
TB,BISO,1  
TBDATA,1,5.7E9,70E9

!outplane indentacion 1  
MP,EX,2,158E9  
MP,PRXY,2,0.35  
TB,BISO,2  
TBDATA,1,5.7E9,70E9

!outplane indentacion 2  
MP,EX,3,140E9  
MP,PRXY,3,0.35  
TB,BISO,3  
TBDATA,1,5.7E9,50E9

!outplane indentacion 3  
MP,EX,4,130E9  
MP,PRXY,4,0.35  
TB,BISO,4  
TBDATA,1,5.7E9,55E9

!implane global  
MP,EX,5,151.436E9  
MP,PRXY,5,0.35  
TB,BISO,5  
TBDATA,1,64E9,75E9

!implane indentacion 4  
MP,EX,6,147E9  
MP,PRXY,6,0.35  
TB,BISO,6  
TBDATA,1,6E9,57E9

!implane indentacion 5  
MP,EX,7,170E9  
MP,PRXY,7,0.35  
TB,BISO,7  
TBDATA,1,6E9,90E9

!outplane global  
MP,EX,8,155E9  
MP,PRXY,8,0.35  
TB,BISO,8  
TBDATA,1,5.7E9,80E9

!outplane indentacion 6  
MP,EX,9,155E9  
MP,PRXY,9,0.35  
TB,BISO,9  
TBDATA,1,5.7E9,80E9

!outplane indentacion 7  
MP,EX,10,145E9  
MP,PRXY,10,0.35  
TB,BISO,10  
TBDATA,1,5.7E9,55E9

!Geometria de la muestra  
\*SET,CoorXP0,-1.80752E-6  
\*SET,CoorYP0,20E-9  
\*SET,CoorXP1,0.45188E-6  
\*SET,CoorYP1,20E-9  
\*SET,CoorXP2,2.2594E-6  
\*SET,CoorYP2,20E-9  
\*SET,CoorXP3,4.5189E-6  
\*SET,CoorYP3,17E-9  
\*SET,CoorXP4,7.0796E-6  
\*SET,CoorYP4,20E-9

\*SET,CoorXP5,9.78332E-6  
\*SET,CoorYP5,20E-9  
\*SET,CoorXP6,13.01434E-6  
\*SET,CoorYP6,20E-9  
\*SET,PosX,0.671382701563E-05  
\*SET,PosY,(0.287884368556E-07)+(3E-9)

\*SET,PosX2,0.578700374882E-05  
\*SET,PosY2,(0.391070470478E-07)+(3E-9)  
\*SET,PosX3,0.488458973425E-05  
\*SET,PosY3,(0.287116544367E-07)+(2E-9)  
\*SET,PosX4,0.393794187472E-05  
\*SET,PosY4,(0.363729644637E-08)+(0.5E-8)  
\*SET,PosX5,0.274348435268E-05  
\*SET,PosY5,(0.690018130594E-08)+(0.5E-8)  
\*SET,PosX6,0.184625630884E-05  
\*SET,PosY6,(0.241740792678E-07)+(0.3E-8)  
\*SET,PosX7,0.916644135220E-06  
\*SET,PosY7,(0.262721534681E-07)+(0.3E-8)

!Geometria de la punta  
\*AFUN,DEG  
\*SET,R,780E-9  
\*SET,Rd,733E-9  
\*SET,h,550E-9  
\*SET,theta,54.7356103172  
\*SET,l,h\*TAN(theta)  
K,1,0,0,0  
K,2,l,h,0  
CLOCAL,11,0,,,,,120,  
K,3,l,h,0  
CSYS,0  
CLOCAL,12,0,,,,,-120,  
K,4,l,h,0  
CSYS,0  
L,1,2  
L,1,3  
L,1,4  
L,2,3  
L,2,4  
L,3,4  
LFILLT,3,1,R,  
LSTR,2,1  
!\*  
LFILLT,2,8,R,  
LSTR,4,1  
LSTR,3,1  
!\*  
LFILLT,11,10,R,  
LANG,9,190,,  
LANG,7,190,,  
LANG,12,190,,  
FLST,2,15,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-18  
LDELE,P51X  
LSTR,2,1  
LSTR,3,1  
LSTR,4,1  
LFILLT,2,1,Rd,  
LSTR,3,1  
LSTR,2,1  
LFILLT,8,3,Rd,  
LSTR,4,1  
LFILLT,11,9,Rd,  
FLST,2,9,4,ORDE,4  
FITEM,2,1  
FITEM,2,-3  
FITEM,2,7  
FITEM,2,-12  
LDELE,P51X  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,14  
FITEM,5,16  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,15  
FITEM,5,19  
KSEL,S,,P51X  
NUMMRG,KP  
FLST,5,2,3,ORDE,2  
FITEM,5,17  
FITEM,5,-18

KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,7  
 FITEM,5,9  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,6  
 FITEM,5,8  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,5  
 FITEM,5,10  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL  
 FLST,2,3,3,ORDE,2  
 FITEM,2,5  
 FITEM,2,-7  
 KDELE,P51X  
 LSTR, 3, 14  
 LSTR, 2, 15  
 LSTR, 4, 17  
 FLST,3,3,3  
 FITEM,3,14  
 FITEM,3,13  
 FITEM,3,17  
 BSPLIN,,P51X  
 FLST,3,3,3  
 FITEM,3,14  
 FITEM,3,11  
 FITEM,3,15  
 BSPLIN,,P51X  
 FLST,3,3,3  
 FITEM,3,17  
 FITEM,3,12  
 FITEM,3,15  
 BSPLIN,,P51X  
 FLST,2,3,4  
 FITEM,2,7  
 FITEM,2,8  
 FITEM,2,9  
 AL,P51X  
 K,8,0,h,0  
 KDELE,1  
 K,1,0,-h,0  
 L,1,8  
 BOPTN,KEEP,YES  
 LINA, 10, 1  
 \*GET,desgaste,KP,5,LOC,Y  
 \*SET,hb,desgaste  
 LDELE,10  
 ADELE,1  
 KDELE,1  
 KDELE,5,8,3  
 K,8,0,hb,0  
 FLST,2,3,3  
 FITEM,2,13  
 FITEM,2,8  
 FITEM,2,15  
 SPLINE,P51X  
 FLST,2,3,3  
 FITEM,2,11  
 FITEM,2,8  
 FITEM,2,17  
 SPLINE,P51X  
 FLST,2,3,3  
 FITEM,2,12  
 FITEM,2,8  
 FITEM,2,14  
 SPLINE,P51X  
 LSBL,7,10  
 LDIV,6,,2,0  
 LSTR,1,13  
 FLST,2,8,4,ORDE,8  
 FITEM,2,3  
 FITEM,2,5  
 FITEM,2,7  
 FITEM,2,9  
 FITEM,2,13  
 FITEM,2,-14  
 FITEM,2,17  
 FITEM,2,-18

LDELE,P51X  
 FLST,2,3,3,ORDE,3  
 FITEM,2,4  
 FITEM,2,12  
 FITEM,2,17  
 KDELE,P51X  
  
 !Geometria de la muestra  
 K,16,,5E-9  
 K,17,CoorXP1,CoorYP1  
 K,18,1.1297E-6,27E-9  
 K,19,CoorXP2,CoorYP2  
 K,20,3.38915E-6,0  
 K,21,CoorXP3,CoorYP3  
 K,22,5.6486E-6,39.052E-9  
 K,23,CoorXP4,CoorYP4  
 K,24,8.58582E-6,0  
 K,25,CoorXP5,CoorYP5  
 K,26,11.02602E-6,33E-9  
 K,27,CoorXP6,CoorYP6  
 K,28,-0.22594E-6,0  
 K,29,CoorXP0,CoorYP0  
 BSPLIN,29,28,16,17  
 BSPLIN, 17,18,19  
 BSPLIN,19,20,21  
 BSPLIN,21,22,23  
 BSPLIN,23,24,25  
 BSPLIN,25,26,27  
 \*SET,Prof,6E-6  
 \*SET,DistP0,(Prof+CoorYP0)/TAN(45)  
 \*SET,DistP1,(Prof+CoorYP1)/TAN(45)  
 \*SET,DistP2,(Prof+CoorYP2)/TAN(45)  
 \*SET,DistP3,(Prof+CoorYP3)/TAN(45)  
 \*SET,DistP4,(Prof+CoorYP4)/TAN(45)  
 \*SET,DistP5,(Prof+CoorYP5)/TAN(45)  
 \*SET,DistP6,(Prof+CoorYP6)/TAN(45)  
 K,30,CoorXP0-DistP0,-Prof  
 K,31,CoorXP1-DistP1,-Prof  
 K,32,CoorXP2-DistP2,-Prof  
 K,33,CoorXP3-DistP3,-Prof  
 K,34,CoorXP4-DistP4,-Prof  
 K,35,CoorXP5-DistP5,-Prof  
 K,36,CoorXP6-DistP6,-Prof  
 L,29,30  
 L,17,31  
 L,19,32  
 L,21,33  
 L,23,34  
 L,25,35  
 L,27,36  
 L,30,31  
 L,31,32  
 L,32,33  
 L,33,34  
 L,34,35  
 L,35,36  
 LDIV,18,,5,0  
 LDIV,20,,5,0  
 LDIV,21,,5,0  
 LDIV,22,,5,0  
 FLST,2,16,4,ORDE,2  
 FITEM,2,31  
 FITEM,2,-46  
 LDELE,P51X  
 FLST,2,12,3,ORDE,9  
 FITEM,2,5  
 FITEM,2,-7  
 FITEM,2,10  
 FITEM,2,12  
 FITEM,2,37  
 FITEM,2,39  
 FITEM,2,-41  
 FITEM,2,43  
 FITEM,2,-45  
 KDELE,P51X  
 LSTR, 31, 4  
 LSTR, 32, 9  
 LSTR, 33, 38  
 LSTR, 34, 42  
 LSTR, 4, 9  
 LSTR, 9, 38  
 LSTR, 38, 42  
 LDIV,5,,2,0  
 LDIV,7,,2,0  
 LDIV,9,,3,0  
 LANG,22,10,90+45

LANG,37,7,90  
 LANG,21,6,90+45  
 LANG,20,5,90+45  
 FLST,2,4,4  
 FITEM,2,24  
 FITEM,2,14  
 FITEM,2,23  
 FITEM,2,30  
 AL,P51X  
 FLST,2,6,4  
 FITEM,2,29  
 FITEM,2,23  
 FITEM,2,13  
 FITEM,2,22  
 FITEM,2,42  
 FITEM,2,34  
 AL,P51X  
 FLST,2,10,4  
 FITEM,2,28  
 FITEM,2,34  
 FITEM,2,42  
 FITEM,2,22  
 FITEM,2,41  
 FITEM,2,40  
 FITEM,2,9  
 FITEM,2,21  
 FITEM,2,46  
 FITEM,2,33  
 AL,P51X  
 FLST,2,9,4  
 FITEM,2,27  
 FITEM,2,33  
 FITEM,2,46  
 FITEM,2,21  
 FITEM,2,39  
 FITEM,2,7  
 FITEM,2,20  
 FITEM,2,48  
 FITEM,2,32  
 AL,P51X  
 FLST,2,8,4  
 FITEM,2,26  
 FITEM,2,32  
 FITEM,2,48  
 FITEM,2,20  
 FITEM,2,38  
 FITEM,2,5  
 FITEM,2,18  
 FITEM,2,31  
 AL,P51X  
 FLST,2,5,4  
 FITEM,2,25  
 FITEM,2,31  
 FITEM,2,18  
 FITEM,2,3  
 FITEM,2,17  
 AL,P51X  
 FLST,2,3,4  
 FITEM,2,22  
 FITEM,2,41  
 FITEM,2,43  
 AL,P51X  
 FLST,2,5,4  
 FITEM,2,44  
 FITEM,2,42  
 FITEM,2,43  
 FITEM,2,40  
 FITEM,2,45  
 AL,P51X  
 FLST,2,5,4  
 FITEM,2,37  
 FITEM,2,45  
 FITEM,2,9  
 FITEM,2,21  
 FITEM,2,46  
 AL,P51X  
 FLST,2,6,4  
 FITEM,2,46  
 FITEM,2,47  
 FITEM,2,7  
 FITEM,2,20  
 FITEM,2,48  
 FITEM,2,36  
 AL,P51X  
 FLST,2,3,4  
 FITEM,2,20

FITEM,2,38  
 FITEM,2,49  
 AL,P51X  
 FLST,2,5,4  
 FITEM,2,48  
 FITEM,2,49  
 FITEM,2,5  
 FITEM,2,18  
 FITEM,2,35  
 AL,P51X  
 FLST,2,3,4  
 FITEM,2,21  
 FITEM,2,39  
 FITEM,2,47  
 AL,P51X  
  
 !Area de desgaste de la punta  
 AL,11,8,15  
 AL,10,15,16  
  
 !Caras de la punta  
 AL,2,4,1,8  
 AL,1,6,19,16  
  
 !Cuerpo de muestra  
 \*SET,DZa,2E-6  
 VEXT,1,6,1,...-DZa  
 \*SET,DZb,0.9E-6  
 VEXT,7,13,1,...-DZb  
 VADD,7,8,9  
 VDELE,7,9,1,1  
 VSBV,3,14,,DELETE,DELETE  
 VADD,10,13  
 VDELE,10,13,3,1  
 VSBV,4,3,,DELETE,DELETE  
 VADD,11,12  
 VDELE,11,12,1,1  
 VSBV,5,3,,DELETE,DELETE  
 FLST,5,7,5,ORDE,7  
 FITEM,5,54  
 FITEM,5,58  
 FITEM,5,63  
 FITEM,5,68  
 FITEM,5,74  
 FITEM,5,77  
 FITEM,5,81  
 ASEL,S,,P51X  
 \*SET,DZb,0.9E-6  
 VEXT,ALL,,,,DZb  
 ALLSEL,ALL  
 BOPTN,KEEP,NO  
 VGLUE,6,4  
 VGLUE,4,8  
 VGLUE,6,7  
 VGLUE,8,2  
 VGLUE,7,1  
 VGLUE,12,11  
 VGLUE,11,10  
 VGLUE,10,13  
 VGLUE,13,9  
 VGLUE,9,5  
 VGLUE,5,3  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,9  
 FITEM,5,84  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,4  
 FITEM,5,89  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,17  
 FITEM,5,90  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL  
 FLST,5,2,3,ORDE,2  
 FITEM,5,5  
 FITEM,5,23  
 KSEL,S,,P51X  
 NUMMRG,KP  
 ALLSEL,ALL

```

FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,6
FITEM,5,12
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,19
FITEM,5,42
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,10
FITEM,5,37
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,38
FITEM,5,-39
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
ALLSEL,ALL
VGLUE,14,12
VGLUE,10,6
VGLUE,13,6
VGLUE,9,15
VGLUE,5,15
VGLUE,3,15
VGLUE,3,7
!Remayado de la punta
FLST,2,2,5,ORDE,2
FITEM,2,14
FITEM,2,16
ADELE,P51X
LDIV,4,,2,0
LDIV,8,,2,0
ALLSEL,ALL
LSTR, 11, 12
FLST,5,2,3,ORDE,2
FITEM,5,11
FITEM,5,23
KSEL,S,,P51X
NUMMRG,KP
FLST,2,4,4
FITEM,2,2
FITEM,2,4
FITEM,2,49
FITEM,2,48
AL,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,11
FITEM,2,48
FITEM,2,12
AL,P51X
FLST,2,3,4
FITEM,2,12
FITEM,2,8
FITEM,2,15
AL,P51X
FLST,2,4,4
FITEM,2,49
FITEM,2,22
FITEM,2,1
FITEM,2,8
AL,P51X

```

!Factores de mayado de la punta

```

*SET,p,16
*SET,q,2
LESIZE,11,,p,q,,1
LESIZE,15,,p,q,,1
LESIZE,10,,p,q,,1
LESIZE,12,,p,q,,1
LESIZE,8,,p,q*0.275,,1
LESIZE,48,,p,q,,1
LESIZE,16,,p,q,,1
LESIZE,4,,p,q,,1
LESIZE,6,,p,q,,1
LESIZE,22,,p,q*0.275,,1
LESIZE,1,,(p/2),q*0.005,,1
LESIZE,2,,(p/2),q*0.005,,1
LESIZE,19,,p/2,q*0.005,,1
LESIZE,49,,p/2,q*50,,1

```

!Posicionamiento de indentador en origen

```

FLST,3,6,5,ORDE,4
FITEM,3,14
FITEM,3,-17
FITEM,3,25
FITEM,3,-26
AGEN,,P51X,,,-hb,,1

```

!Posicionamiento de indentador en indentacion 1

```

FLST,3,6,5,ORDE,4
FITEM,3,14
FITEM,3,-17
FITEM,3,25
FITEM,3,-26
AGEN,,P51X,, ,PosX,PosY,,1

```

!Mallado del modelo

```

*SET,g,40
LESIZE,38,,g,,1
LESIZE,66,,g,,1
LESIZE,87,,g,,1
LESIZE,157,,g,,1
LESIZE,117,,g,,1
LESIZE,141,,g,,1
LESIZE,154,,g,,1
LESIZE,3,,20,0.1,,1
LESIZE,13,,25,10,,1
LESIZE,5,,30,30,,1
LESIZE,20,,25,0.1,,1
LESIZE,75,,25,0.1,,1
LESIZE,88,,30,30,,1
LESIZE,123,,25,0.1,,1
LESIZE,110,,30,30,,1
LESIZE,136,,25,0.1,,1
LESIZE,18,,30,30,,1
*SET,t,0.2
*SET,s,25
LESIZE,45,,s,t,,1
LESIZE,47,,s,t,,1
LESIZE,78,,s,t,,1
LESIZE,97,,s,t,,1
LESIZE,133,,s,t,,1
LESIZE,132,,s,t,,1
LESIZE,151,,s,t,,1
LESIZE,156,,s,t,,1
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
VSEL,S,VOLU,,3
TYPE,1
MAT,2
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,5
TYPE,1
MAT,3
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,9
TYPE,1
MAT,4
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,13
TYPE,1
MAT,6
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,10
TYPE,1
MAT,7
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,11
TYPE,1
MAT,9
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,12
TYPE,1
MAT,10
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
*SET,j,1e-6
MSHAPE,1,3D
MSHKEY,0
! Out of plane

```

```

VSEL,S,VOLU,,15
TYPE,1
MAT,1
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,6
TYPE,1
MAT,5
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
! Out of plane
VSEL,S,VOLU,,4
TYPE,1
MAT,8
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
VSEL,S,VOLU,,7
TYPE,1
MAT,5
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
! In-plane
VSEL,S,VOLU,,14
TYPE,1
MAT,5
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL
! Out of plane
VSEL,S,VOLU,,1
TYPE,1
MAT,1
ESIZE,j
VMESH,ALL
ALLSEL,ALL

!Superficies de contacto
/COM, CONTACT PAIR CREATION - START
CM,_NODECM,NODE
CM,_ELEMCM,ELEM
CM,_KPCM,KP
CM,_LINECM,LINE
CM,_AREACM,AREA
CM,_VOLUCM,VOLU
/GSAV,cwz,gsav,,temp
MP,MU,1,
MAT,1
R,3
REAL,3
ET,2,170
ET,3,174
KEYOPT,3,9,0
KEYOPT,3,10,2
R,3,
RMORE,
RMORE,,0
RMORE,0
! Generate the target surface
ASEL,S,,,14
ASEL,A,,,15
ASEL,A,,,16
ASEL,A,,,17
ASEL,A,,,25
ASEL,A,,,26
CM,_TARGET,AREA
AATT,-1,3,2,-1
TYPE,2
AMESH,ALL
! Create a pilot node
KSEL,S,,,3
KATT,-1,3,2,-1
KMESH,3
! Generate the contact surface
ASEL,S,,,35
ASEL,A,,,42
ASEL,A,,,57
ASEL,A,,,71
ASEL,A,,,76
ASEL,A,,,91
ASEL,A,,,93
CM,_CONTACT,AREA
TYPE,3

```

```

NSLA,S,1
ESLN,S,0
ESURF
*SET,_REALID,3
ALLSEL
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
/PSYMB,ESYS,1
/PNUM,TYPE,1
/NUM,1
EPLOT
ESEL,ALL
ESEL,S,TYPE,,2
ESEL,A,TYPE,,3
ESEL,R,REAL,,3
ASEL,S,REAL,,3
CMSEL,A,_NODECM
CMDEL,_NODECM
CMSEL,A,_ELEMCM
CMDEL,_ELEMCM
CMSEL,S,_KPCM
CMDEL,_KPCM
CMSEL,S,_LINECM
CMDEL,_LINECM
CMSEL,S,_AREACM
CMDEL,_AREACM
CMSEL,S,_VOLUCM
CMDEL,_VOLUCM
/GRES,cwz,gsav
CMDEL,_TARGET
CMDEL,_CONTACT
/COM, CONTACT PAIR CREATION - END
ASEL,S,,,15,16,1
ASEL,A,,,26
ESLA,S
NSLA,S
ESURF,,REVERSE
ALLSEL,ALL
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - START
KEYOPT,3,5,3
/COM, CONTACT PAIR PROPERTIES - END
FINISH

/SOL

!Condiciones de frontera
FLST,5,6,5,ORDE,6
FITEM,5,20
FITEM,5,24
FITEM,5,30
FITEM,5,38
FITEM,5,45
FITEM,5,51
ASEL,S,,,P51X
DA,ALL,ALL
ALLSEL,ALL
FLST,5,2,5,ORDE,2
FITEM,5,19
FITEM,5,53
ASEL,S,,,P51X
DA,ALL,SYMM
ALLSEL,ALL
FLST,5,13,5,ORDE,9
FITEM,5,1
FITEM,5,-6
FITEM,5,39
FITEM,5,47
FITEM,5,65
FITEM,5,73
FITEM,5,79
FITEM,5,88
FITEM,5,92
ASEL,S,,,P51X
DA,ALL,SYMM
ALLSEL,ALL
DK,3,UX,0
DK,3,UZ,0

!Desplazamiento del indentador Indentacion 1
DK,3,UY,-(42E-9)+(1.5E-9)
ANTYPE,0
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150

```

OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,1  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,20e-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,2  
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 2

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UX,-(PosX-PosX2)  
NLGEOM,1  
NSUBST,5,10,3  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,3  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL

!Desplazamiento del indentador Indentacion 2

DK,3,UY,-38E-9+3.5E-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,4  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,20E-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,5  
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 3

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UX,-(PosX-PosX3)  
NLGEOM,1  
NSUBST,5,10,3  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,6  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL

!Desplazamiento del indentador Indentacion 3

DK,3,UY,-(44.5E-9)-(0.6E-9)  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,7  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,10E-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,8  
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 4

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UX,-(PosX-PosX4)  
NLGEOM,1

NSUBST,5,10,3  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,9  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0

!Desplazamiento del indentador Indentacion 4

DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,-(43.5E-9)-(23.6E-9)  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,10  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,10E-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,11  
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 5

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UX,-(PosX-PosX5)  
NLGEOM,1  
NSUBST,5,10,3  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,12  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0

!Desplazamiento del indentador Indentacion 5

DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,-(40E-9)-(21.5E-9)  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,13  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DK,3,UY,10E-9  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,14  
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 6

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UX,-(PosX-PosX6)  
NLGEOM,1  
NSUBST,5,10,3  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,15  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
!Desplazamiento del indentador Indentacion 6

DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,-(40.5E-9)-(4.6E-9)  
NLGEOM,1  
NSUBST,250,600,150  
OUTRES,ERASE  
OUTRES,ALL,2  
TIME,16  
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0  
DKDELE,3,ALL  
DK,3,UY,10E-9  
NLGEOM,1

```

NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,17
SOLVE

!Posicionamiento en Indentacion 7
ANTYPE,,REST,,,0
DKDELE,3,ALL
DK,3,UX,-(PosX-PosX7)
NLGEOM,1
NSUBST,5,10,3
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,18
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0

!Desplazamiento del indentador Indentacion 7
DKDELE,3,ALL
DK,3,UY,-(43.25E-9)-(3.5E-9)
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,19
SOLVE

ANTYPE,,REST,,,0
DKDELE,3,ALL
DK,3,UY,10E-9
NLGEOM,1
NSUBST,250,600,150
OUTRES,ERASE
OUTRES,ALL,2
TIME,20
SOLVE
SAVE
FINISH

!Presentación de resultados
/POST1
SET, LAST
/EFACET,1
/EXPAND,1,RECT,HALF,,0.00000001e-010,,RECT,FULL,,,RECT,FULL

/POST26
LSEL,S,,,30
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX,POSY,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,94,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5
SAVE

LSEL,S,,,66
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX2,POSY2,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,3071,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX2,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5

LSEL,S,,,41
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX3,POSY3,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,7108,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX3,h,0)

```

```

ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5

LSEL,S,,,104
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX4,POSY4,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,12013,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX4,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5

LSEL,S,,,7
NSLL
*SET,NodoC,NODE(PosX5,PosY5,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,15094,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX5,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5

LSEL,S,,,13
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX6,POSY6,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,19838,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX6,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5

LSEL,S,,,112
NSLL
*SET,NodoC,NODE(POSX7,POSY7,0)
ALLSEL,ALL
NSOL,2,23400,U,Y,Desplazamiento
ABS,3,2,,,Desplazamiento_UY_nm,,,1E9
KSEL,s,,,3
NSLK,s
*SET,NodoPiloto,NODE(1+POSX7,h,0)
ALLSEL,ALL
RFORCE,4,NodoPiloto,F,Y,
ABS,5,4,,,Fuerza_FY_uN,,,2E6
PRVAR,3,5
FINISH

```



## 7. Publicaciones

### **Geometry and bluntness tip effects on elastic-plastic behaviour during nanoindentation of fused silica: Experimental and FE simulation**

D Torres-Torres<sup>1</sup>, J Muñoz-Saldaña<sup>1,2</sup>, A Hurtado-Macías<sup>2</sup>, M V Swain<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN. Unidad Querétaro, 76001 Querétaro, Qro., México.

<sup>2</sup>Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C., Laboratorio Nacional de Nanotecnología. Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, Chihuahua, 31109 Mexico

<sup>3</sup>Biomaterials Science Research Unit, Faculty of Dentistry, University of Sydney, Surry Hills, NSW 2010, Australia

E-mail: dtorres@qro.cinvestav.mx, jmunoz@qro.cinvestav.mx, abel.hurtado@cimav.edu.mx and mswain@mail.usyd.edu.au

**Abstract.** We report on a procedure to develop a true geometric finite element (FE) model of a Berkovich indenter using fused silica as a reference material. 2D and 3D models of the indenter tip were evaluated based on the delimiting factors such as the indenter true geometry, elastic modulus, yield stress, hardening modulus, etc. and compared to the experimental results. The true geometry of the Berkovich indenter having special attention to the tip-end was determined by both a non-linear regression of the indentation data at small indentation depths using the equation of a sphere and by image analysis of AFM micrographs. The indenter bluntness effect of the indenter tip was incorporated into the 3D FE model with the tip radius and the so called rounding radius. These, in fact were the most important factors considered for reproduction of the experimental load-displacement curves. Different methods were used to determine the yield stress of fused silica including the analysis of the load penetration data transformed to "stress-strain" indentation curves as well as the analysis of the von Mises equivalent stress distribution in the FE models. Results show that the yield stress of fused silica is 4.5-4.6 GPa.

**KEYWORDS:** Elasticity; Plasticity; Mechanical properties;

**PACS:** 62.20.F-, 62.20.F-, 62.20.D-, 02.70.Dh, 62.20.Qp, 62.20.fq, 62.20.fg.

Ref: MSMS/345564/PAP/149646

We have now received the referee report(s) on this paper, which is being considered by Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering . The referee(s) have recommended that changes be made to your paper.

Please can you revise your paper following the referee recommendations, and then send us the revised version together with a list of the changes you have made.

Yours sincerely

Daniel Heatley

Lara Finan

On Behalf of Professor William Curtin

Editor-in-Chief

Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering

Publishing Team

Publishing Editor - Lara Finan

Publishing Administrator - Daniel Heatley

Production Editor - Emma Avery

Contact Details

E-mail: msmse@iop.org

# Atomic force microscopy cantilever simulation by finite element methods for quantitative atomic force acoustic microscopy measurements

F.J. Espinoza Beltrán

*Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN. Unidad Querétaro, 76001 Querétaro, Qro., México; and Hamburg University of Technology, Advanced Ceramics Group, 21073 Hamburg, Germany*

J. Muñoz-Saldaña<sup>†1</sup> and D. Torres-Torres

*Centro de Investigación y Estudios Avanzados del IPN. Unidad Querétaro, 76001 Querétaro, Qro., México*

R. Torres-Martínez

*Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del IPN. Unidad Querétaro, 76040. Querétaro, Qro., México*

G.A. Schneider

*Hamburg University of Technology, Advanced Ceramics Group, 21073 Hamburg, Germany*

(Received 14 March 2006; accepted 10 August 2006)

Measurements of vibrational spectra of atomic force microscopy (AFM) microprobes in contact with a sample allow a good correlation between resonance frequencies shifts and the effective elastic modulus of the tip-sample system. In this work we use finite element methods for modeling the AFM microprobe vibration considering actual features of the cantilever geometry. This allowed us to predict the behavior of the cantilevers in contact with any sample for a wide range of effective tip-sample stiffness. Experimental spectra for glass and chromium were well reproduced for the numerical model, and stiffness values were obtained. We present a method to correlate the experimental resonance spectrum to the effective stiffness using realistic geometry of the cantilever to numerically model the vibration of the cantilever in contact with a sample surface. Thus, supported in a reliable finite element method (FEM) model, atomic force acoustic microscopy can be a quantitative technique for elastic-modulus measurements. Considering the possibility of tip-apex wear during atomic force acoustic microscopy measurements, it is necessary to perform a calibration procedure to obtain the tip-sample contact areas before and after each measurement.

## I. INTRODUCTION

Atomic force microscopy (AFM) has become in the past years one of the most useful microscopic tools for imaging the surface topography at nanoscale level of several types of materials, whereby it is an essential technique for nanotechnology. AFM is very sensitive for measuring interaction forces between the AFM microprobe and the sample.<sup>1–3</sup> The simplest interaction between the AFM microprobe and the sample is the mechanical contact, but it is possible to introduce in a controlled way several additional interaction forces, including electric and magnetic fields. For modulated

forces<sup>4</sup> acting on the microprobe–sample contact, it is possible to increase the sensitivity of the measurement, including high-frequency excitations. Heterodyne converter procedures combined with lock-in amplifiers allow amplifying very low signals, due to the interaction between AFM microprobe and the sample, for a frequency range from some kHz to several MHz.<sup>5</sup> Atomic force acoustic microscopy (AFAM) is a high-frequency force modulation AFM technique that provides stiffness mapping of surfaces. A piezoelectric transducer attached to the AFM microprobe holder or located in the bottom of the sample generates an ultrasonic mechanical signal when the microprobe is in contact with the sample. Vibrational spectra of the cantilever-sample system provide resonance peaks whose frequencies values are related with the geometry of the microprobe, and mechanical properties (elastic modulus, Poisson ratio) of probe and

<sup>†1</sup>Address all correspondence to this author.

e-mail: jmunoz@qro.cinvestav.mx

DOI: 10.1557/JMR.2006.0379

# Surface texture and tetragonality of mechanically affected powders and sintered ceramics of BaTiO<sub>3</sub>

A. Hurtado-Macias<sup>1,2</sup>, V. Torres-Heredia<sup>1</sup>, J. Muñoz-Saldaña<sup>\*1</sup>,  
F. J. Espinoza Beltrán<sup>1</sup>, R. A. Vargas Ortiz<sup>1</sup>, D. Torres-Torres<sup>1</sup>,  
M. A. Hernández Landaverde<sup>1</sup> and J. González-Hernández<sup>2</sup>

A strong dependency of the processing route on the tetragonality conditions and surface texture of high energy ball milled commercial powders and ceramics of BaTiO<sub>3</sub> sintered at different temperatures is reported in the current paper. Tetragonality and surface texture were analysed in both powders milled at different times and ceramics sintered at different temperatures by X-ray diffraction using a method for the deconvolution of the (002) and (200) diffraction peaks that appear in  $44 \leq 2\theta \leq 46$ . Tetragonality of milled powders continuously reduced as a function of milling time. The intensity ratio  $I_{(002)}^{int}/I_{(200)}^{int}$  was related to the textured surface. The texture effect was always observed in samples sintered below 1613 K. The 'untextured' condition was only demonstrated in the sample sintered at 1673 K. These results can be explained with residual stresses in the crystalline structure of sintered bodies. Finally, characterisation with piezoelectric response micrographs allowed the observation of abnormal domain arrays in a {011} oriented barium titanate crystallite, which were correlated with the texturisation phenomena measured in the sintered bodies.

**Keywords:** Barium titanate, Tetragonality, Residual stresses, Ferroelectrics

## Introduction

Barium titanate based ceramics (BaTiO<sub>3</sub>, BT) are extensively used as the dielectric component in commercially available capacitors, sensors, actuators, etc., primarily because they exhibit a high dielectric constant, polarisation reversal, pyroelectricity, ferroelectricity and ferroelasticity.<sup>1-10</sup> In such devices, fine grained microstructure is required to improve the piezoelectric and mechanical properties and to minimise processing variations.<sup>11</sup> Special attention should be taken in the typical discontinuous grain growth in the ceramics during sintering.<sup>12</sup> This can be done controlling the properties of the initial barium titanate powder. One of the proposed methods in the literature to synthesise barium titanate powders, among others, is the synthesis via mechanical activation of mixed BaO and TiO<sub>2</sub>.<sup>13</sup> Mechanical alloying was developed initially for the synthesis of intermetallics and alloy compounds.<sup>14</sup> By this route ultrafine powders with Perovskite structure

(PZT, BaTiO<sub>3</sub>, etc.) can be produced. However, the stresses associated to cutting, grinding and polishing procedures are high enough to cause texturing near the surface in PZT ceramics, because of the ferroelastic behaviour of the 90° domains.<sup>15</sup> It is also reported that this surface texture in ferroelectric ceramics is dependent on the applied mechanical stress and cannot be removed completely by heat treatment.<sup>16</sup> The authors report on strong dependency of the processing route on the tetragonality conditions and surface texture of high energy ball milled commercial powders as well as of ceramics of BaTiO<sub>3</sub> sintered at different temperatures.

## Experimental

Commercial high purity (99.9%) BaTiO<sub>3</sub> ceramic powders (Alfa Aesar Germany) were milled with a high energy ball milling system (SPEX 8000 mixer mill) at 10 min intervals up to 120 min. Particle size reduction and the effect of milling on the crystalline structure was characterised by X-ray diffraction (XRD) (Rigaku D/Max-2100) using Cu K<sub>α</sub> and Co K<sub>α</sub> radiations. Ceramic bodies were prepared using both commercial milled powders (120 min) and powders obtained by mechano-synthesis by uniaxial pressing (138 MPa), sintering at 950 °C and from 1240 to 1673 K with 293 K intervals for 5 h. A group of samples was sintered to produce giant grains by using the modified method of

<sup>1</sup>Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro, Libramiento Norponiente No. 2000, Fracc. Real de Juriquilla, Querétaro, Qro., CP 76230, México

<sup>2</sup>Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S. C. Laboratorio Nacional de Nanotecnología-Chihuahua, Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, Chih., Apdo. Postal 31109, México

\*Corresponding author, email jmunoz@qro.cinvestav.mx

## **Inter Laboratory Comparison and Analysis on Mechanical Properties by Nanoindentation**

J. M. Alvarado-Orozco<sup>1</sup>, C. Cárdenas-Jaramillo<sup>1</sup>, D. Torres-Torres<sup>1</sup>, R. Herrera-Basurto<sup>2</sup>, A. Hurtado-Macias<sup>3</sup>, J. Muñoz-Saldaña<sup>1,3\*</sup> and G. Trápaga-Martinez<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro de Investigación y de Estudios Avanzados del IPN, Unidad Querétaro, Libramiento Norponiente 2000, Real de Juriquilla, 76230, Querétaro, México.

<sup>2</sup>CENAM-Dirección de Metrología de Materiales, 76241, Querétaro, México.

<sup>3</sup>Centro de Investigación en Materiales Avanzados, S.C., Laboratorio Nacional de Nanotecnología, Miguel de Cervantes 120, Complejo Industrial Chihuahua, 31109, Chihuahua, México.

\* On sabbatical leave.

### **ABSTRACT**

This contribution presents the results obtained by a Mexican laboratory in the *Asia-Pacific Economy Cooperation Interlaboratory Comparison (IC)* on mechanical properties by nanoindentation from 2008 using fused silica and polycarbonate as samples. Reduced modulus and indentation hardness are the parameters asked to be measured and compared. The aim for this paper is to show and to discuss the so called “indentation size effect” (ISE) on the indentation hardness of fused silica. Using the spherical formulation of the ISE model for crystalline materials, the macroscopic hardness and material length scale of fused silica are determined as  $(7.34 \pm 0.085)$  GPa and  $(166.36 \pm 14)$  nm, respectively.

Mater. Res. Soc. Symp. Proc. Volume X, Warrendale, PA, 2009

EL JURADO DESIGNADO POR LA UNIDAD QUERÉTARO DEL CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL, APROBÓ LA TESIS DOCTORAL DEL C. DAVID TORRES TORRES TITULADA: "ANÁLISIS DEL COMPORTAMIENTO MECÁNICO POR NANOINDENTACIÓN EN MATERIALES FERROÉLASTICOS Y SU SIMULACIÓN POR ELEMENTOS FINITOS", FIRMAN AL CALCE DE COMÚN ACUERDO LOS INTEGRANTES DE DICHO JURADO, EN LA CIUDAD DE QUERÉTARO, QRO., A LOS DIECISIETE DIAS DEL MES DE JUNIO DEL AÑO DOS MIL DIEZ.



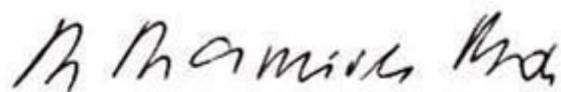
**DR. JUAN MUÑOZ SALDAÑA**



**DR. LUIS GERARDO TRÁPAGA MARTÍNEZ**



**DR. JOSÉ MARTÍN YÁÑEZ LIMÓN**



**DR. RAFAEL RAMÍREZ BON**



**DR. FRANCISCO RAMÍREZ CRUZ**



CINVESTAV  
BIBLIOTECA CENTRAL



SSIT000009747