

Facultad de Física

Universidad de Sevilla

Trabajo de fin de grado

Estudio de las propiedades mecánicas de compuestos de matriz cerámica con alótropos de carbono mediante simulación por ordenador

Miguel Ángel Balmaseda Márquez

Tutores:

Víctor Morales Flórez

Francisco de Paula Jiménez Morales

Departamento de Física de la Materia Condensada

Curso académico 2019/2020



*Poco sé de la noche
pero la noche parece saber de mí
y más aún, me asiste como si me quisiera,
me cubre la conciencia con sus estrellas.*

*Tal vez la noche sea la vida y el sol la muerte.
Tal vez la noche es nada
y las conjeturas sobre ella nada
y los seres que la viven nada.
Tal vez las palabras sean lo único que existe
en el enorme vacío de los siglos
que nos arañan el alma con sus recuerdos.*

*Pero la noche ha de conocer la miseria
que bebe de nuestra sangre y de nuestras ideas.
Ella ha de arrojar odio a nuestras miradas
sabiéndolas llenas de intereses, de desencuentros.*

*Pero sucede que oigo a la noche llorar en mis huesos.
Su lágrima inmensa delira
y grita que algo se fue para siempre.*

Alguna vez volveremos a ser.

La noche, Alejandra Pizarnik.

Índice de contenidos

1.-Resumen y motivación	1
2.-Fundamento teórico	3
2.1.-Introducción al estudio de los materiales cerámicos.....	3
2.2.-Respuesta mecánica de los materiales cerámicos	6
2.2.1-Respuesta elástico lineal	7
2.2.2-Ensayos mecánicos fundamentales	9
2.3.-Formas alotrópicas del carbono: propiedades y posibilidades	12
2.4.-Mecanismos de refuerzo en sistemas reforzados con CNTs y GNPs	13
2.5.-Simulaciones a través de FEM: parámetros a considerar	15
2.6.-Estado del arte de la investigación computacional en CMCs	17
3.- Metodología.	21
3.1.-Construcción de la matriz microestructurada	21
3.2.-Implementación de la matriz cerámica en FEM	23
3.3.-Creación de sistemas compuestos	26
3.4.-Simulaciones mediante el método de Elementos Finitos	27
3.4.1-Ensayos de tracción con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno	28
3.4.2-Ensayos de compresión con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno	29
3.4.3-Ensayos de indentación con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno	29
4.- Resultados	30
4.1.-Construcción de sistemas modelo	30
4.2.-Implementación de la matriz cerámica a FEM.....	31
4.3.-Ensayos de tracción con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno.....	32
4.4.-Ensayos de compresión con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno.....	35
4.5.-Ensayos de indentación con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno.....	38
5.-Conclusiones	40
6.-Agradecimientos	41
7.-Bibliografía	42
8.-Apéndices	45

1.-Resumen y motivación

Las **propiedades excepcionales del grafeno** tales como su alto módulo de Young y su resistencia a la tracción los convierten en unos candidatos idóneos para mejorar y reforzar las propiedades de los materiales cerámicos como la alúmina (Al_2O_3). No obstante, y al contrario de lo que ocurre con otros materiales compuestos, en el caso de los materiales cerámicos compuestos con grafeno existe una enorme disparidad en los resultados experimentales e incluso se encuentran **efectos contradictorios** con los esperados.

Las propiedades mecánicas de los materiales cerámicos reforzados con **grafeno dependen de forma acusada de la microestructura** de los granos de la matriz, así como de la manera en la que se incorpora este. Por ejemplo, la localización o su grado de dispersión y homogenización en la matriz son aspectos críticos para conseguir un efecto de refuerzo eficiente. Además, actualmente no existen estudios que estimen los valores máximos teóricos que podrían alcanzarse mediante esta estrategia de refuerzo. Por todo lo anterior se **hace necesaria la creación de modelos computacionales que puedan servir de herramienta para dilucidar la influencia del modo de incorporación del grafeno en el refuerzo de los materiales cerámicos**, de modo que puedan explicarse muchas de las discrepancias experimentales observadas.

En este **trabajo simulamos las propiedades mecánicas de alúmina reforzada con inclusiones de grafeno con un modelo bidimensional**. Para modelar los granos de la matriz hacemos uso de una teselación del tipo de Voronoi (se explicará rigurosamente en el apartado 3.1) con una distribución del tamaño de los granos log-normal con una escala mesoscópica. El objetivo del trabajo es la comparación de las propiedades mecánicas de dos materiales y su correcta simulación: en la primera consideramos un policristal de alúmina pura y en la segunda se considera alúmina junto a inclusiones de grafeno (con forma de grano). Las simulaciones **se han realizado mediante el método de diferencias finitas** con ayuda del programa **ABAQUS**.

El **objetivo del mismo será abrir un nuevo horizonte** en términos de simulación para arrojar algo de luz al uso de grafeno como material reforzante en las cerámicas avanzadas.

Se **destaca la originalidad del trabajo** en cuanto a las condiciones de estudio de la simulación. La inserción de los diagramas de Voronoi para simular estructuras de materiales cerámicos en la escala mesoscópica es conocida desde hace tiempo, la innovación recae en considerar la **distribución de los centros de dicho diagrama según una distribución normal**. De esta forma,

se obtendrá una distribución en el tamaño de grano (por la implicación geométrica de dichos diagramas) de forma log – normal, muy similar en apariencia a distribuciones reales como la zirconia o alúmina, en contraposición con los estudios realizados anteriormente y consultados, donde el tamaño de grano se normaliza a un determinado valor (del orden de los micrómetros), **añadiendo una homogeneidad en dicho tamaño no encontrada en los policristales reales.**

2.-Fundamento teórico

2.1.-Introducción al estudio de los materiales cerámicos

El término cerámica procede del vocablo griego *keramos* (arcilla). Históricamente, la producción de la alfarería hecha de arcilla data del año 23000 AC, donde se halló en un yacimiento de la República Checa una figurilla conocida como la “Venus de Vestonice” siendo más reciente la producción de vidrios de silicato y recubrimientos vítreos, datada del s.X AC en Egipto [1,2]. Si estudiamos su composición, se evidencia que el principal componente de la arcilla es el aluminosilicato hidratado, que se convierte en una masa plástica cuando se mezcla, en forma de polvo, con agua. La temprana utilización de cerámicas incluyó tanto materiales cristalinos como aquellos vítreos, a consecuencia del desconocimiento de su correcta fabricación. Se destaca la notable presencia de aquellas cerámicas con base de alúmina en el mundo actual, puesto que posee un variado rango de aplicaciones: escudos térmicos, revestimientos anticorrosión, abrasivo...

En términos generales, se entiende por **material cerámico** aquel material moldeado gracias a una materia prima fácilmente deformable (normalmente tras un proceso de hidratación) y constituido por sólidos orgánicos o inorgánicos endurecido permanentemente por el calor que resulta de un proceso de cocción o sinterizado [2]. Debido a la similitud del enlace químico entre las cerámicas es posible enunciar una serie de propiedades comunes a todas ellas que caracterizan su comportamiento:

- ❖ Son **refractarias** (destaca sus altos puntos de fusión).
- ❖ Gran **dureza y baja tenacidad**.
- ❖ Poseen **un considerable aguante al desgaste**.
- ❖ Son **materiales aislantes, tanto térmicos como eléctricos**.
- ❖ Son **químicamente inertes** al tener una gran estabilidad estructural.

Existe una doble distinción dentro de estos materiales en base a la materia prima utilizada:

1. **Cerámica tradicional**. Se preparan con materias primas naturales, que de acuerdo con la función a desempeñar podrán ser plásticas o no plásticas. Dentro de las **plásticas** nos encontramos con las arcillas mientras que en las **no plásticas** se utilizan como desgrasantes (reducen la plasticidad permitiendo mejor trabajabilidad) o como

fundentes (facilitan la cocción a menor temperatura y favorecen la formación de nuevas fases).

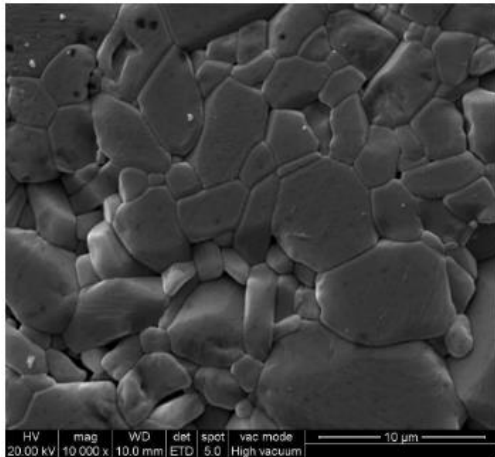
2. **Cerámica avanzada o ingenieril.** Se designa así a aquellas cerámicas que exhiben un alto nivel de eficiencia en el ámbito industrial al tener una microestructura especialmente diseñada y con tolerancias de fabricación muy precisas. Difieren en tres aspectos esenciales respecto de las tradicionales:
 - a. Materias primas. En este caso se utiliza un grupo de materiales no metálicos donde la mayoría están formados por polvos de alta pureza a base de óxidos (Al, Si, Zr, Be, B, nitruros y boruros).
 - b. Proceso de producción. Se necesita una preparación especial y un exhaustivo control de la composición para las fases de conformado y densificación. Se exige un exhaustivo control de la composición química.
 - c. Control de calidad. Al ser materiales sometidos a condiciones más exigentes u objeto de investigación, se someten a un control muy estricto en cuanto a su microestructura, porosidad y propiedades físicas [3].

Hoy en día, gracias a los avances en tecnología y al desarrollo de estas **cerámicas avanzadas**, se ha desarrollado un abanico de nuevos materiales. Como ejemplo destacamos aquellos que poseen aplicaciones magnéticas (usados en discos duros de ordenadores), varillas de combustible nuclear (óxido de uranio) y cerámicas militares (recubrimientos térmicos, dispositivos electroópticos y piezoeléctricos) [2].

Nuestro objeto de estudio será la **alúmina reforzada con grafeno**, clasificada dentro de este último grupo de cerámicas avanzadas o ingenieriles. Se destaca que la matriz (Al_2O_3) pertenece al grupo de las denominadas **cerámicas óxidas**.

Estos materiales suelen estar conformados por enlaces de tipo covalente o iónico, según su estructura química y las propiedades vendrán dadas por las características de dichos enlaces. Es necesario comentar que dicho enlace depende mucho de los iones involucrados en la estructura de la misma. En general, se tiene un enlace híbrido iónico – covalente según la electronegatividad de los elementos [2,4].

Para el caso de la alúmina, la diferencia de electronegatividades hace que a priori parezca un enlace iónico (metal y no metal). Sin embargo, la estructura tridimensional de la misma implica que se compartan los electrones a través de puentes de oxígeno, lo que provoca un enlace mayoritariamente covalente.



Podemos establecer una serie de **características comunes para las cerámicas óxidas**. Suelen ser sinterizadas puesto que disminuye el tamaño de los poros al compactar la estructura. En cuanto a su tamaño, los granos poseen un carácter micrométrico [5] (figura 1). Mientras más pequeños sean estos granos, mejores propiedades presentará el material.

Figura 1.- Granos de alúmina sinterizada [5].

Un estudio a fondo respecto a su microestructura nos revela que la **distribución de tamaño de grano** no es aleatoria, si no que sigue una distribución estadística denominada **logarítmica – normal (log – normal)**. En la figura 2, es posible aceptar el buen ajuste de esta función matemática a la realidad en un compuesto de cerámica óxida sinterizada bajo diversas condiciones [2,6].

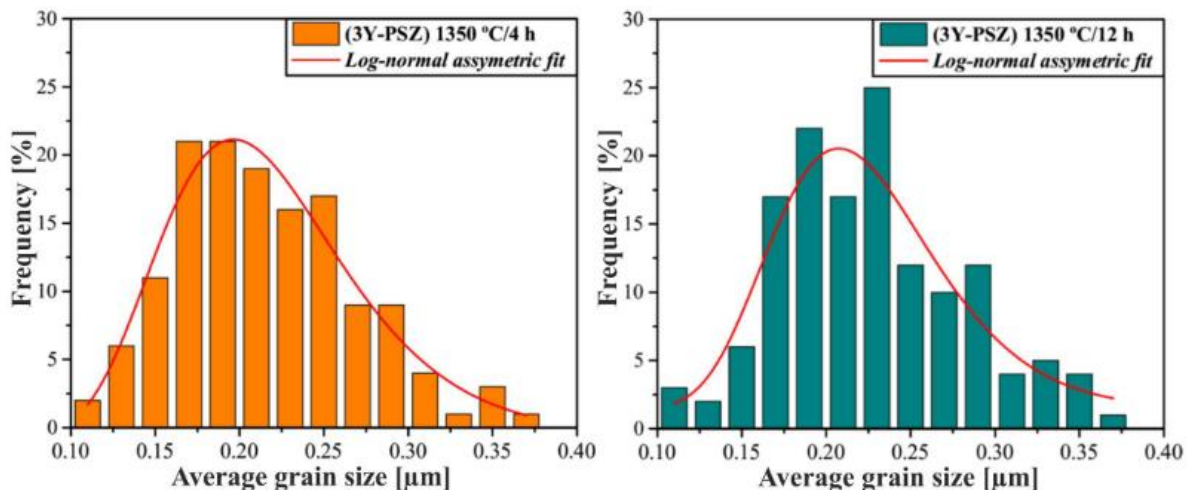


Figura 2.- Distribución de tamaño medio de grano [6].

En cuanto a su cohesión estructural, tal y como comentábamos anteriormente el enlace híbrido explicaría en las cerámicas el por qué son a la vez duras y frágiles, a causa de la rigidez del enlace y a su vez de los escasos mecanismos de disipación energética de las fracturas que poseen [4].

2.2.-Respuesta mecánica de los materiales cerámicos

De manera general para cualquier tipo de material, es posible extraer mucha información a partir de un ensayo de tracción y la correspondiente curva de tensión-deformación (figura 3).

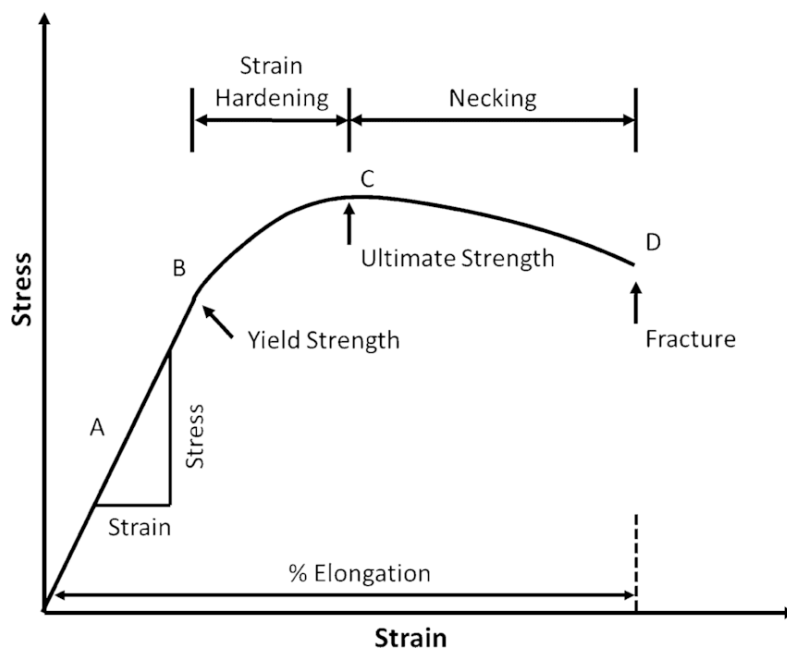


Figura 3.- Curva de esfuerzo vs deformación [7].

Si bien la forma de esta curva dependerá mucho del comportamiento que tenga el material (si sea dúctil, tenga una fractura frágil, posea carácter viscoelástico, tenga mecanismos de endurecimiento bajo tracción...), se ha escogido una forma con un carácter muy general (de un polímero) para explicar los diferentes rangos en los que nos encontraremos.

1.-Zona elástica lineal. Correspondiente a la zona A de la figura, aquí el material sigue una ley de tipo Hooke, presentando un carácter lineal la relación entre la tensión y la deformación. La pendiente de dicha recta es el **módulo elástico o de Young**. Al área correspondiente bajo esta sección de la curva se le denomina **resiliencia**.

2.- Límite elástico. Correspondiente al punto B de la curva (*Yield strength*), una vez llegado a este límite comenzará la deformación plástica, dando pie a deformaciones irreversibles en el material.

3.- Esfuerzo final. Alcanzado el punto C, comienza el proceso de fractura a través del “*necking*”. Comienzan a alargarse los enlaces del material de forma que se va elongando más y más hasta que acaba por producirse la fractura.

4.- Fractura. El material acaba por convertirse en dos piezas independientes. Cabe resaltar que el esfuerzo final (*Ultimate strength*) aparece en materiales con carácter dúctil, si bien las cerámicas romperían luego del límite elástico (correspondiente a su vez al esfuerzo final).

Es posible calcular **el trabajo de fractura de un material** de forma analítica como la integral debajo de la curva desde el inicio del ensayo hasta su fractura [4].

2.2.1-Respuesta elástica lineal

La deformación elástica está asociada con el acortamiento o alargamiento de los enlaces dentro de un sólido. Si se aplica una tensión al material, la distancia entre los átomos variará cierta cantidad que dependerá de las propiedades de dicho material, concretamente del tipo de enlace y estructura, ya sea cristalina o amorfa.

La **deformación elástica** se alcanza una vez haya una población importante de micro deformaciones, generando estas un efecto macroscópico (elongación o compresión). Se modela el comportamiento según la distancia del enlace atómico según la figura 4:

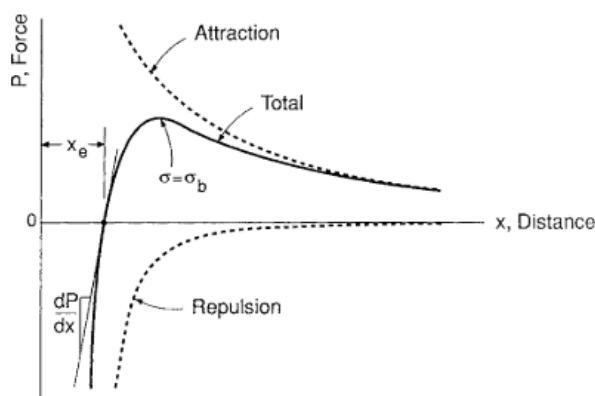


Figura 4.- Modelización del enlace atómico [8].

ambos átomos implicados.

Conforme disminuya la distancia x entre los átomos, estos se comienzan a atraer con idéntica aceleración y sentidos contrarios, variando el módulo de la misma en base al tipo de enlace que tengamos en cada caso particular. También existe una fuerza de tipo **repulsiva** (figura 4) debido al solapamiento de las capas de electrones de

A medida que disminuimos la distancia, esta interacción repulsiva se hace muy fuerte y según la aumentamos va desapareciendo. Sin embargo, la interacción atractiva posee carácter de largo alcance, dando pie a que exista una **distancia de equilibrio** denotada por x_e .

La **pendiente de la fuerza** que sienten los átomos para distancias pequeñas es aproximadamente constante en un entorno de distancias (primeros vecinos). Teniendo en cuenta que podemos expresar la fuerza F por unidad de área y la elongación como la medida de la variación en x respecto de la distancia de equilibrio:

$$\varepsilon = \frac{x - x_e}{x_e} \quad (1)$$

Puesto que el **módulo elástico** es la pendiente de la relación tensión – elongación, es posible escribir:

$$E = \left. \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right|_{x=x_e} = \left. \frac{x_e}{A} \frac{dF}{dx} \right|_{x=x_e} \quad (2)$$

Si particularizamos esta expresión para cualquier valor de x e integramos en ambos términos, nos quedaría la siguiente expresión:

$$F = \frac{A \cdot E}{x_e} \cdot (x - x_e) \quad (3)$$

Es decir, en el régimen elástico lineal se tiene que los átomos se comportan sometidos a una **fuerza de tipo Hooke**, pudiéndose **modelar el enlace a través de un muelle con una determinada constante elástica**.

Llegados a este punto, los conceptos de **tensión, deformación y módulo elástico** nos son familiares. Siendo estos comunes para todos los materiales, pero con diferentes valores, las cerámicas destacan por su fragilidad a temperatura ambiente. Los **defectos** juegan un papel fundamental (a veces dominante) en el comportamiento mecánico de las mismas. Debido a ello, obtener parámetros característicos de estos materiales resulta más difícil que para metales o polímeros ya que en el momento de la fabricación de las probetas se pueden introducir defectos [9]. Su tensión de rotura en ensayos de tracción está limitada por la fractura frágil [2] pero los esfuerzos en compresión son mucho mayores. Hay que destacar también la gran dureza de las cerámicas (en contraposición a la fragilidad anterior).

En la tabla 1 (anexo) se puede apreciar la **diferencia entre los diversos parámetros mecánicos** (módulo de tracción, módulo de compresión, módulo elástico...) de las cerámicas avanzadas y una de tipo tradicional como sería la sílice convencional. Por ello, es fundamental el estudio y comprensión de los mecanismos implicados en tal aumento de propiedades.

2.2.2-Ensayos mecánicos fundamentales

A la hora de caracterizar dichas propiedades, existen diversos **métodos** para cada una de ellas. Comenzamos por los **ensayos de tracción**:

Supongamos una probeta de tipo cilíndrico del material (figura 5). En un sólido, cualquier fuerza que actúe podrá dividirse como una normal a una determinada superficie elegida y otras dos que actúen de forma tangencial de dicha área. Para la fuerza normal actuando en la sección de la probeta, aparece su reacción en forma de fuerza interna respecto la aplicada



que lleva al sistema al equilibrio.

$$\sigma = \lim_{\Delta A \rightarrow 0} \frac{\Delta F}{\Delta A} = \frac{dF}{dA} \quad (4)$$

Figura 5.- Esquema de fuerzas al que se ve sometido la probeta en un ensayo de tracción [4].

Al ocurrir esto a nivel infinitesimal es necesario considerar durante el paso al continuo las propiedades del material, si se admite isótropo y homogéneo en la dirección del esfuerzo se puede integrar la ecuación (4) llegando:

$$\sigma = \frac{F}{A} \quad (5)$$

Donde el valor σ nos da la relación básica entre la fuerza normal y la superficie transversal de la probeta suponiendo que se elonga de manera uniforme.

Si nos encontramos ante el **régimen elástico** de un material, se tiene la expresión (6) que nos relaciona la elongación del material (ϵ) con la carga aplicada (σ) de la siguiente forma:

$$\sigma = E\epsilon \quad (6)$$

Donde E es un valor constante para dicho régimen y, como vimos anteriormente, se denomina **módulo elástico o de Young**, siendo una de las propiedades fundamentales y básicas de la caracterización mecánica de los materiales. Normalmente se considera que la deformación

del material coincide con la elongación lineal del mismo, siempre y cuando las cargas sean aplicadas cuasi estáticamente.

En base a la elongación se puede definir otro concepto interesante a tratar, **la deformación**. Esta sería la elongación del material por unidad de longitud, definida adimensional.

Otra característica principal de los materiales es su **compresión**. A diferencia del ensayo de tracción, aquí la deformación ocurrida tiene un signo negativo (siendo válida la ecuación (5) en régimen lineal). Sin embargo, estos módulos suelen ser mayores que los de tracción a causa de que una compresión implica una menor distancia entre enlaces, causando un solapamiento de carga eléctrica que implica una interacción repulsiva.

De igual forma, estos ensayos **no suelen mostrar un comportamiento plástico** en el caso de los materiales cerámicos (al igual que en tracción) a causa de la fractura frágil que se dan en esos materiales.

Una **diferencia fundamental** respecto de los ensayos de tracción es que las grietas aquí estabilizan al material durante la experiencia, a causa de que a medida que se va comprimiendo, la grieta se va cerrando, ayudando a la resistencia del material. En el ensayo de tracción, la grieta puede abrirse más provocando una propagación fatal de la misma.

Por otra parte, es posible caracterizar la **dureza** a través de pruebas de indentación. Uno de los ensayos más utilizados es el de dureza Vickers.

Para este ensayo es necesario un penetrador consistente en una pirámide con un ángulo de 136° tal y como se ve en la figura 6. La expresión matemática que permite calcular el valor HV (*hardness Vickers*) es [11]:

$$HV = \frac{F_{aplicada}}{S} = \frac{2\text{sen}(68^\circ)F}{d^2} \quad (7)$$

Donde d es la diagonal de la huella (o media de las dos diagonales), F la fuerza aplicada y se coge 68° al aplicar un sencillo cálculo de trigonometría, siendo éste la mitad de 136° (figura 6).

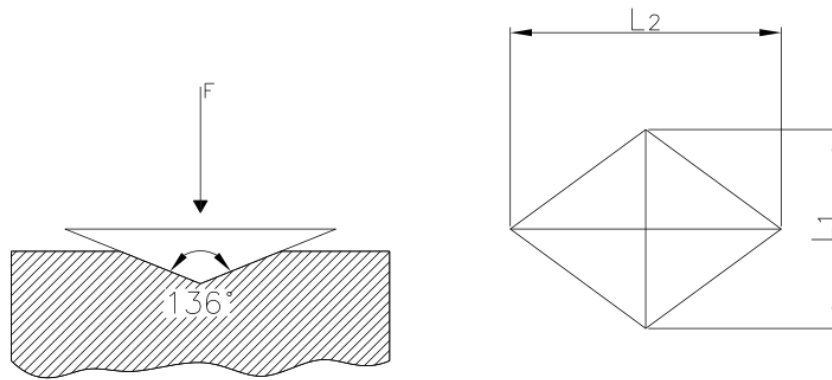


Figura 6.- Geometría del indentador Vickers [11]

Siendo este ensayo realizable para todo tipo de geometrías planas.

Podemos concluir el apartado haciendo notar que **la presencia de deformaciones plásticas da lugar a mecanismos de disipación de energía** donde la energía de la fractura puede ser liberada a su entorno.

El principal problema de las cerámicas reside en su **baja plasticidad**, habiendo una ausencia acusada de mecanismos intrínsecos para frenar el avance catastrófico de una pequeña grieta una vez iniciada. Desde hace décadas se está buscando introducir una fase que sea capaz de absorber la energía de avance de la grieta para que esta no sea crítica y que acabe por endurecer el material [12].

2.3.-Formas alotrópicas del carbono: propiedades y posibilidades

Las formas alotrópicas de los distintos elementos nacen de la capacidad que poseen los mismos de ordenar sus átomos de manera diferente conservando el mismo estado de la materia. Así dentro del carbono, por ejemplo, nos encontramos el grafeno, el fullereno, el diamante o el grafito y las formas diversas en las que aparecen.

Dentro de los variados alótropos del carbono, aquellos que serán más útiles a considerar en el estudio de las cerámicas avanzadas son los nanotubos de carbono y las nanohojas o nanoplaquetas de grafeno puesto que existen estudios que validan su efectividad como refuerzo [13].

El **grafeno** consiste en un apilado de monocapas de átomos de carbono con hibridación sp^2 y formando una configuración plana hexagonal.

Los **nanotubos de carbono** consisten en una o varias láminas de grafeno enrollada por los extremos cuyo diámetro es del orden del nanómetro. Según los parámetros geométricos del mismo podrá ser de distinto tipo; zig – zag, armchair o chiral (figura 7).

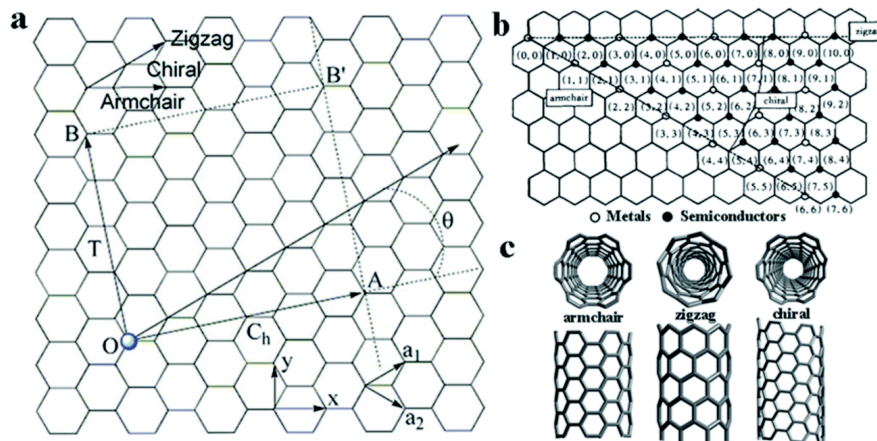


Figura 7.- Tipos de nanotubos de carbono de una capa [14].

En función del número de capas por el que esté formado el nanotubo será monocapa (SWNT) o multicapa (MWNT) siendo este último caso formado por nanotubos de distinto diámetro y concéntricos entre sí. Gracias a sus magníficas propiedades mecánicas (módulo de Young aproximadamente de 1 TPa [14,15] y una resistencia a la tracción mayor de 60 GPa [16]) se ha convertido en un candidato excepcional como elemento de refuerzo para matrices frágiles de cerámica, formando composites con mejores propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas.

En cuanto a al resto de propiedades destacan las eléctricas (máxima conductividad eléctrica a 300 K siendo de aproximadamente 10^6 S/m para SWNT y $> 10^5$ S/m para MWNT [17,18]) y las propiedades térmicas (máxima conductividad térmica de 6600 W/mK para SWNT y >3000 W/mK para MWNT) [19,20]. También poseen una gran relación de aspecto (diámetro tan pequeño como 3,3 Å [21] y de una longitud tan grande como 6 mm [22]).

Otro tipo de alótropos que podrían ser objeto de estudio en el contexto del refuerzo de matrices cerámicas son las **nanohojas de grafeno (GNPs)**. Destacan de esta forma sus propiedades mecánicas, teniendo un módulo de Young de 0,669 TPa (considerablemente inferior al de los nanotubos) y soportando tensiones de aproximadamente cientos de nanonewtons [23].

2.4.-Mecanismos de refuerzo en sistemas reforzados con CNTs y GNPs

La estrategia habitual a seguir en el refuerzo de cerámicas consiste en adicionar compuestos o elementos que generen mecanismos adicionales de refuerzo que ayuden a disipar la energía de las grietas, disminuyendo su propagación y por tanto incrementando su tenacidad sin disminuir otras propiedades.

Dentro de estos mecanismos nos encontramos **principalmente con el “debonding”, “bridging”, “pullout”** y la desviación de la propagación de la grieta [24].

Pasamos al estudio del **“pull – out”**. Es posible que un nanotubo se encuentre localizado en la interfase entre dos granos de alúmina (figura 8), actuando como puente [13,25,26]. Si la fractura sigue este camino, es posible que **extraiga el nanotubo** absorbiendo parte de la energía de propagación, dando además la posibilidad de que se desvíe de su trayectoria original.

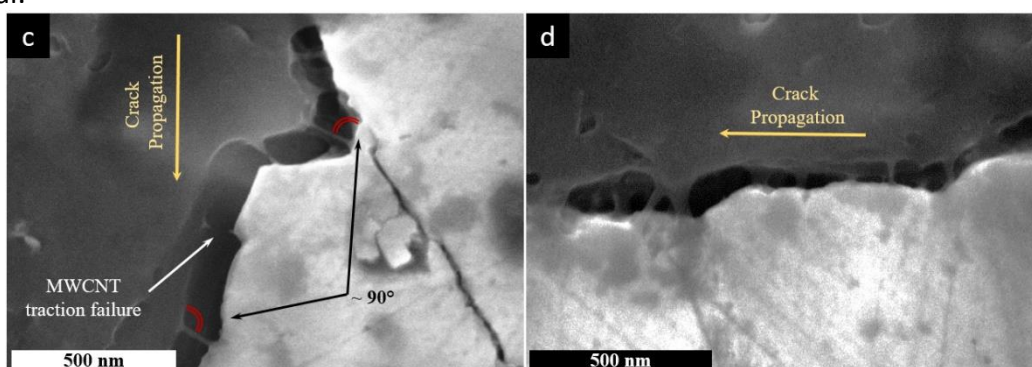


Figura 8.- Imágenes SEM de una grieta en un composite de alúmina y CNT y su representación gráfica [13].

En este caso en particular, existen estudios que nos dan una estimación de la energía absorbida por unidad de área mediante este fenómeno [27]:

$$G_{pull-out} = \frac{V_f \cdot L^2 \cdot \tau_i}{r} \quad (8)$$

Donde V_f es la fracción volumétrica del nanotubo, r es el radio de la fibra, L es la longitud de la fibra y τ_i es el esfuerzo cortante de la fibra.

Otro de los mecanismos comentados es la **desviación de la grieta**. En este se considera que se transfiere la carga entre el CNTs y la matriz cerámica mientras que la grieta se está propagando a la vez que algunos CNTs se rompen o quedan desligados del grano a su paso. Este mecanismo ha sido observado y caracterizado microestructuralmente en 3YTZP con CNTs [28].

Dicho mecanismo puede observarse en la figura 9 donde se ve claramente como la grieta va siguiendo un camino más intrincado a causa de las continuas desviaciones sufridas por el encuentro con un nanotubo.

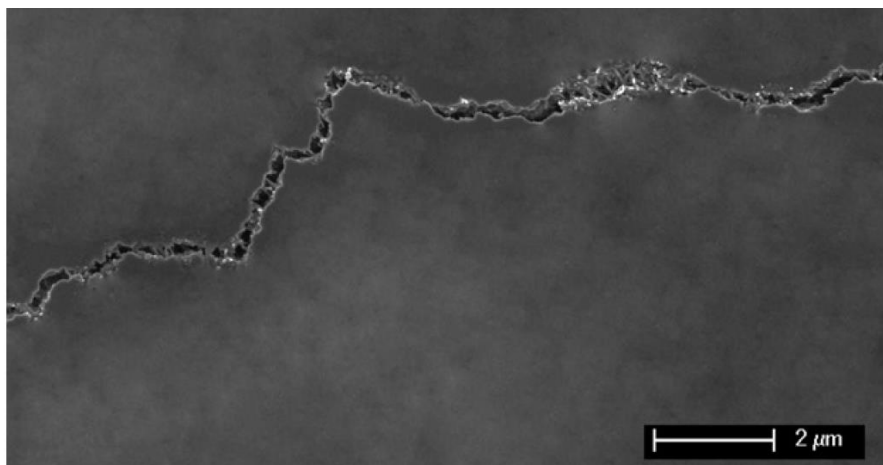


Figura 9.- Mecanismo de desviación de una grieta [29].

En el caso de las **nanohojas de grafeno**, nos encontramos los mismos mecanismos de endurecimiento que para los CNTs. Sin embargo, la energía para “arrancar” dichos GNPs es incluso mayor que para las fibras o nanotubos a causa de que estas nanohojas envuelven los granos de alúmina, aumentando el área de contacto y generando una fricción interfacial mucho mayor [30].

2.5.-Simulaciones a través de FEM: parámetros a considerar

La técnica de simulación a través del Método de Elementos Finitos o Diferencias Finitas (FEM) nació en el marco del estudio de la mecánica de los sólidos deformables [31]. Actualmente es el método preferido a aplicar en diversos ámbitos de la simulación computacional, ya sea para problemas térmicos, electromagnéticos, mecánicos etc. Sin embargo, es necesario contrastar los resultados obtenidos a través de esta pues no deja de ser una aproximación a la solución real y se debe conocer con exactitud el problema a simular.

Desde un punto de vista ingenieril, el estudio de los elementos finitos consiste en aplicar el concepto de discretización del dominio bajo estudio. Dicha discretización consiste en dividir el dominio bajo estudio de una serie de "elementos finitos" (interpretados como subdominios) los cuales se conectan entre sí mediante "nodos" que contienen la información acerca de los grados de libertad del sistema, es decir, las presiones, desplazamientos, temperaturas y demás parámetros característicos.

Si se particulariza para teorías mecánicas, cada uno de estos elementos aporta cierta cantidad de la magnitud de estudio al sistema global. El conjunto de estos elementos finitos que discretizan todo el dominio es denominado "malla". Debido a este proceso de discretización, se pasa de unas ecuaciones diferenciales que gobiernan el comportamiento a otras de tipo algebraicas (que podrán ser lineales o no) con su respectiva disminución de dificultad en la resolución.

En el marco de las consideraciones mecánicas en las que se encuadra nuestro trabajo, habrá que tener especial cuidado con los siguientes aspectos:

- Efectos geométricos en los que la geometría deformada no pueda aproximarse a la misma sin deformar (es decir, la no linealidad de esta).
- No linealidades en las ecuaciones constitutivas, por desviación de condiciones ideales.
- Fenómenos de interfase.
- Modelado de diferentes niveles de análisis: multi – escala o metodología global / local.

En cuanto al **modelado y simulación** de los elementos, se contemplan las siguientes etapas:

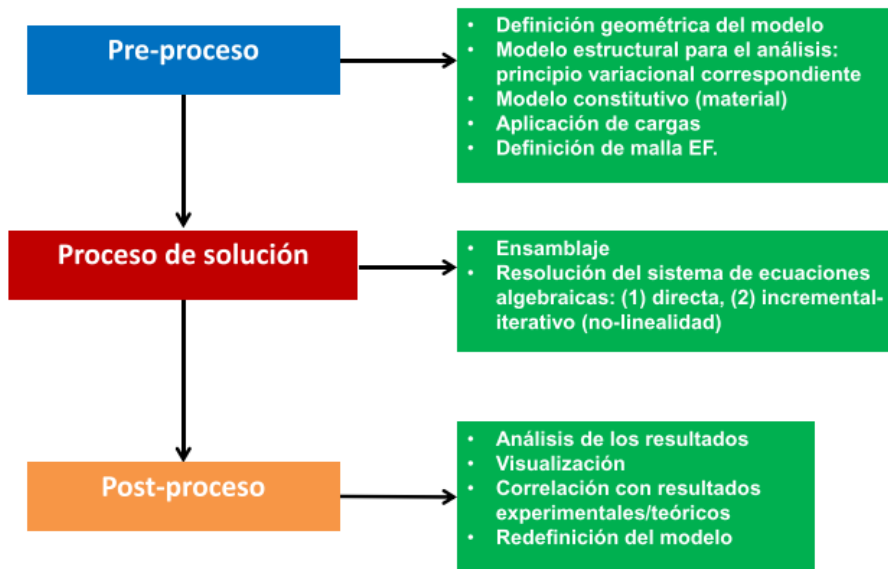


Figura 10.- Etapas del modelado de un análisis de FEM [31].

En la fase de **pre – proceso** se establecen las hipótesis básicas del modelado, correspondientes al marco teórico, ley constitutiva a nivel del material, generación de la geometría, malla de elementos finitos y la definición de las condiciones de contorno y/o desplazamientos. Durante el **proceso** se ensambla el sistema de ecuaciones a resolver y su proceso de resolución, ya sea directo o iterativo.

Finalmente, se realiza el **post – proceso** consistente en la evaluación e interpretación de los resultados obtenidos según este método. Puede servir para redefinir el modelo o ajustar ciertos parámetros de este.

A pesar de la sistemática de evaluación del método, es necesario tener cierto instinto sobre el orden de magnitud de los posibles valores a obtener, así como prever los efectos físicos que han de aparecer en la situación a la que sometamos el sistema y tener espíritu crítico con los resultados.

2.6.-Estado del arte de la investigación computacional en CMCs

Tradicionalmente, se han seguido modelos como el comentado superiormente (FEM) a la hora de simular cualquier tipo de sistema que pase de la escala atómica o molecular. Sin embargo, sobre 2001, S.G. Psakhie et al [32] propusieron un novedoso método denominado **autómata celular movable (MCA)** para simular características generales de dichos sistemas.

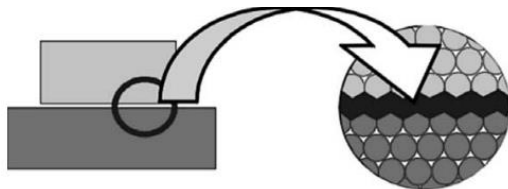


Figura 11.- Modelado de interfase en el MCA. [33]

El MCA es una combinación de un método de elementos discretos basado en partículas (DEM) y de autómatas celulares, consistiendo este último en imponer unas condiciones iniciales al sistema junto a unas reglas de interacción entre las

diferentes fases existentes de tal forma que evoluciona de manera discreta en el tiempo. Al poseer carácter discreto, se parte de partículas individuales interaccionables (figura 11) y se destaca la capacidad de reproducción de **fenómenos como la fractura, deslizamiento o reagrupación de elementos tras una fractura o tensión impuesta** [33].

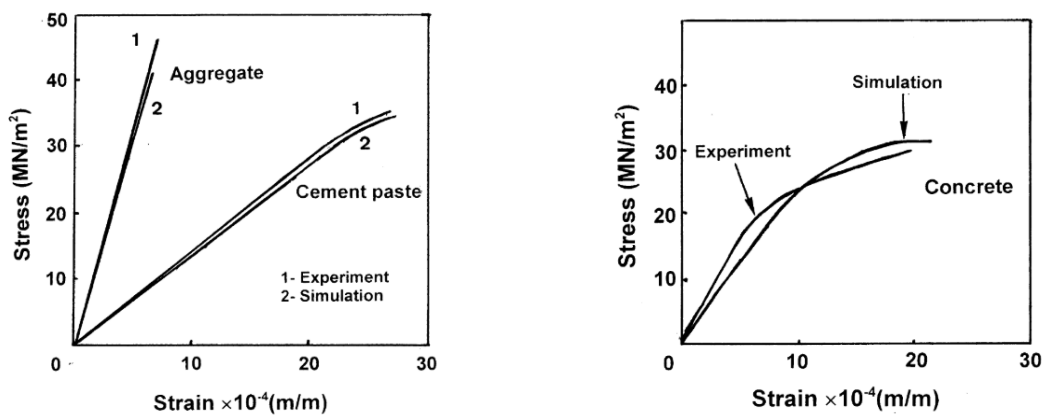


Figura 12.- Conjuntos de resultados para diferentes materiales obtenidos con el método MCA [33].

Una de las principales ventajas de este método es la libertad de asociar propiedades a cada una de las partículas constituyentes que aparecen si bien **está limitado** a tratar materiales de tipo granular (al tener en cuenta lo discreto del modelo) y con fractura frágil. Dicho modelo permite simular poros (figura 13) mediante la definición de un tipo de partícula con unas determinadas propiedades diferentes a las otras. Si se cambiaban las propiedades interfaciales de estos, se obtenían cambios significativos en el módulo elástico [34].

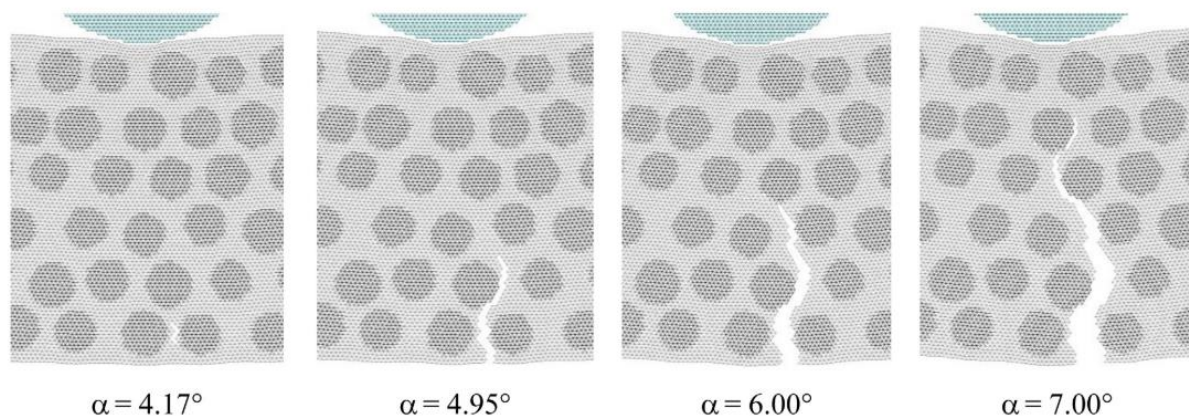


Figura 13.- Ensayo de dureza Brinell a diferentes ángulos de Indentación con una microfractura en el material [34].

En 2004, gracias al artículo de Zhai et al [35] se comenzó a utilizar el **método de elementos finitos cohesivo**. A diferencia del habitual FEM, en este se introduce un elemento entre las fronteras de grano que actúa como interfase, pudiendo modificar sus propiedades y viendo a posteriori como afecta a la simulación. Este modelo permitía una **heterogeneidad microestructural, distribución de fases y una morfología más allá de elementos granulares**. Este modelo asume que las superficies de las grietas llevan esfuerzos de tracción que resisten la apertura normal de la grieta y deslizamiento tangencial antes de que se rompan los enlaces químicos. Se obtienen en dicho artículo resultados interesantes tales como la evaluación del daño de un material, la evolución de la grieta de forma continua y la ratio de liberación de la energía durante dicha propagación.

En el marco de este modelo, apareció un artículo muy interesante por parte de **Tingting Zhou et al [36] en 2012** donde se estudiaba la propagación de grietas en la microestructura de materiales cerámicos para el uso de herramientas teniendo en cuenta las tensiones residuales a causa de los procesos térmicos de conformación del material o generadas por otros factores. Concretamente se basó en las propiedades mecánicas de la alúmina.

De manera novedosa, incluye por primera vez el uso **de los diagramas de Voronoi** (figura 14) para simular la microestructura de granos de cerámica. De igual forma, utiliza el método de los elementos finitos cohesivos para modelar las propiedades de la interfase entre granos.

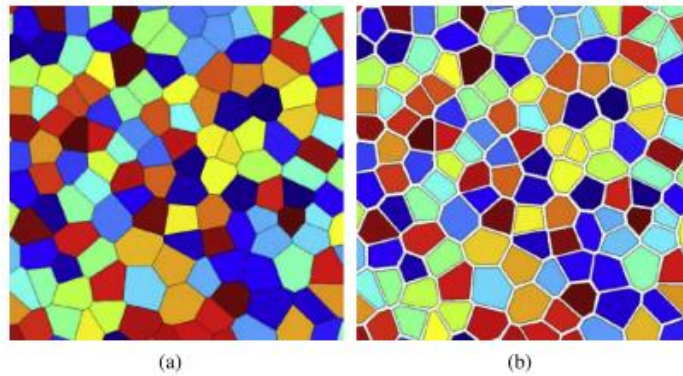


Figura 14.- Diagrama de Voronoi antes y después de introducir el elemento cohesivo [36].

Se vio la influencia de diversos parámetros en la simulación, como son el **tamaño de grano** (en este caso permanecía una distribución de tamaño de grano fija para cada simulación), **la resistencia de las fronteras de grano** (obteniéndose que, a mayor valor, menor propagación) y **la influencia de las microgrietas** (absorben energía y ayudan a disiparla). Sin embargo, la fractura sólo se puede estudiar de forma **intergranular** a causa de las limitaciones del modelo, si bien ese fue el punto de partida para un **trabajo posterior**.

Dicho trabajo salió **publicado en 2018** [37], realizado por T. Zhou junto a M. Yi. En este artículo se estudia la capacidad de propagación de una grieta en un nanocomposite de nuevo, considerando tensiones residuales. Lo novedoso de esta investigación respecto del anterior trabajo es la inclusión de una nueva fase en forma de partículas (SiC) y la capacidad de la propagación de la grieta de manera tanto intra (trans) como intergranular.

Una consideración a tener en cuenta es la inclusión de la fase granular de diferentes formas dentro del material: **con microestructura intra, intergranular y mixta (figura 15)**. Esto dará pie a diferentes mecanismos de refuerzo como los estudiados en apartados anteriores.

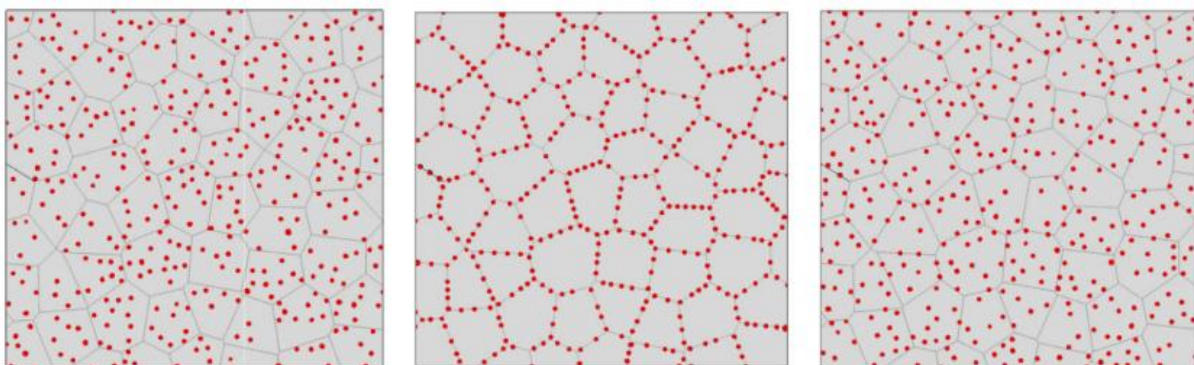


Figura 15.- Disposición de la fase adicionada; intergranular, intragranular y mixta, respectivamente [37].

Un resultado conocido a la hora de estudiar las cerámicas avanzadas es la **saturación de sus propiedades mecánicas** cuando se incluye una fase de refuerzo. Este es un problema recurrente donde, una vez llegado a cierto porcentaje en peso de fase añadida, las propiedades del material se resientan a causa de una mala dispersión. Este comportamiento queda perfectamente retratado en el trabajo como apreciamos en la figura 16:

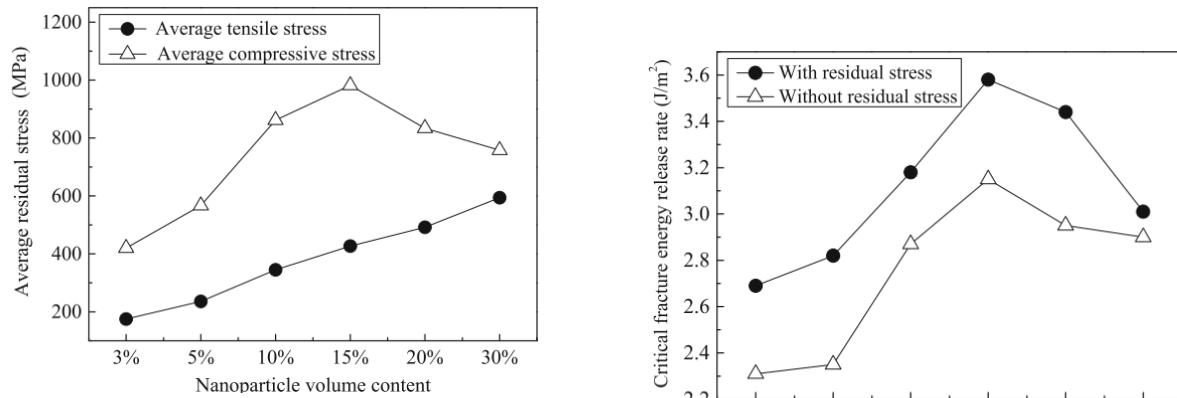


Figura 16.- Resultados obtenidos donde se evidencia la saturación de algunas propiedades con el %wt de fase reforzante [37].

Finalmente, otro artículo muy novedoso (**noviembre de 2019**) de Yongpeng Zhang et al [38], junto a la ayuda de Tingting Zhou, apareció con características muy similares a las simulaciones que se realizarán. En este trabajo, de igual tónica que el anterior (estudio del comportamiento de fractura de un material nanocompuesto para su uso como herramienta) las partículas que se modelan poseen las **propiedades del grafeno**. Se introduce el modelo de fractura frágil ya comentado de tal forma que una vez llegado al máximo esfuerzo, la matriz comienza a fracturar y se estudiará como se propaga dicha grieta y las consecuencias que genera.

Otra novedad que introduce este trabajo es la **inclusión de pequeñas grietas** más allá de la iniciadora de la fractura, para el estudio de como disipan la energía una vez son alcanzadas.

Se obtuvo que la inclusión de estas grietas hacía que actuaran como concentraciones de tensiones, de tal manera que disipaban la energía de la fractura y desviaban el camino de la grieta original. De igual forma, se obtuvieron mejores resultados en esta cuestión respecto de los del trabajo anterior con SiC.

3.-Metodología

3.1.- Construcción de la matriz microestructurada

En base al apartado anterior, es posible afirmar que, a la hora de simular un sistema policristalino, como sería el caso que nos ocupa, un **diagrama de Voronoi** sería una fiel representación de la realidad. Su definición está dada por:

Se denomina **diagrama de Voronoi** a la partición de un dominio D (perteneciente a \mathbb{R}^2) en n regiones R_i cada una correspondiente a " n " puntos diferentes denominados semillas. Estas regiones consisten en el conjunto de puntos más cercanos a una semilla particular:

$$R_i = \{x \in D : |P_i - x| < |P_j - x| \forall i \setminus i \neq j, i, j = 1 \dots n\}$$

De forma analítica la obtención de este diagrama se realiza trazando las mediatrices entre dos puntos cualesquiera del plano, quedando las celdas definidas por el corte de tres de estas rectas en un único punto llamado **vértice de Voronoi**.

Este procedimiento se realiza hasta que se **tesela el plano de forma íntegra**. En nuestro caso, la implantación de los centroides de cada grano se hará siguiendo una **distribución aleatoria de tipo gaussiana**, puesto que en los siguientes apartados se verá experimentalmente que esta es la que realmente modela el carácter realista de la **distribución de grano (figura 17)**.

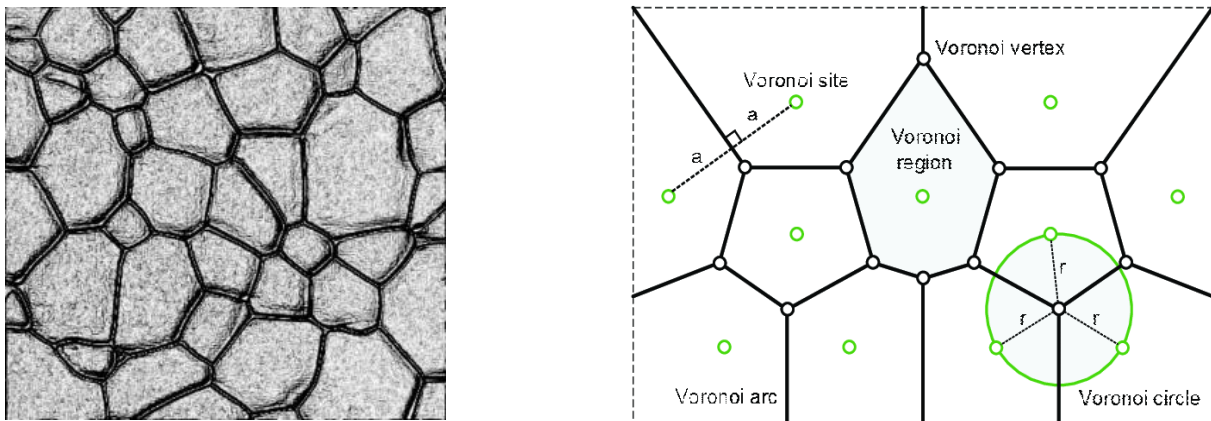


Figura 17.- Imagen SEM de un sistema de policristales y diagrama de Voronoi con elementos característicos [39,40].

Para construir el modelado **geométrico** de nuestra red de policristales, hacemos uso del programa informático MATLAB. Para ello, se programa una matriz con mil puntos aleatorios, que siguen una distribución gaussiana, cuyas coordenadas van entre 0 y 1 (sería como

construir un diagrama adimensional, distancias divididas por una o n veces el parámetro reticular).

Una vez definidos los centros de Voronoi, necesitamos representar el diagrama, para ello se hace uso de la función “**VoronoiLimit**”, obtenida a través del foro de MathWorks y creada por Jakob Sievers [41].

A causa de la definición matemática del diagrama de Voronoi, la **distribución de los tamaños de grano** sigue una determinada ley. Concretamente, una expresión **logarítmica – normal** al igual que pudimos ver en el **apartado 2.1, figura 2**, donde se obtuvo que experimentalmente los granos siguen dicha distribución a condiciones diferentes de sinterizado.

Para estudiar esta magnitud se seguirá lo siguiente:

- Cálculo de las áreas de cada uno de los granos.
- División en cien intervalos equiespaciados desde el ínfimo y el máximo de las áreas.
- Asignación a cada intervalo del número de granos que pertenezcan a él.
- Exclusión en la representación gráfica de aquellos intervalos con cero granos.

A la hora de verificarlo, se ejecutará en **bucle de 50 y 100 ejecuciones** nuestro programa, haciendo la media de cada una de las curvas extraídas para cada diagrama, con el fin de obtener una mejor visualización de dicha distribución logarítmica – normal.

Para realizar estas simulaciones, se ha utilizado un equipo **Asus K555LD** con las siguientes características:

- Intel Core i5 – 4210U CPU @1.70GHz (4CPUs) aproximadamente 2.4GHz.
- 8GB de RAM DDR3.
- NVIDIA GeForce 820M, 2GB VRAM.

Resaltar que el **tiempo de simulación** para construir la gráfica con los datos de 50 diagramas de Voronoi fue de **378s**.

3.2.- Implementación de la matriz cerámica a FEM

Se ha utilizado el programa ABAQUS para la correcta integración del diagrama de Voronoi y su posterior simulación utilizando elementos finitos. Se extraen los **vértices de cada uno de los granos** del código generado en MATLAB para su correcta implementación en ABAQUS, gracias al interpretador de Python que tiene integrado.

Una vez se crea un nuevo archivo de ABAQUS y se elige el **“Work directory”** como la carpeta de trabajo donde tengamos el script de Python, hemos de copiar en la ventana de comandos dicho código y ejecutarlo. Esta **ventana de comandos** aparece en la parte inferior de la figura 18, correspondiente al cuadrado blanco.

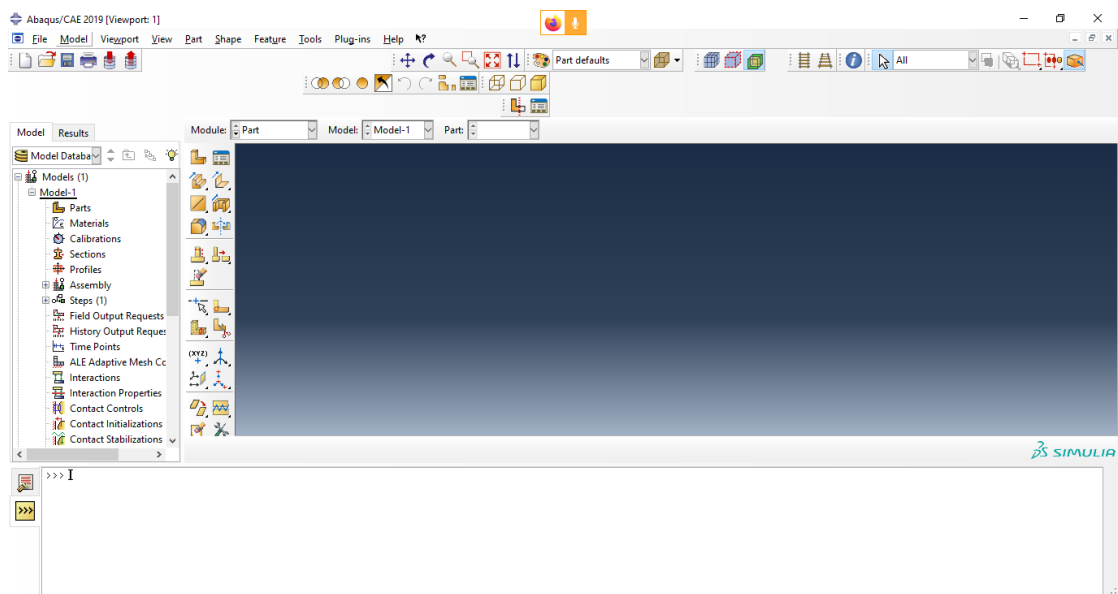


Figura 18. - Interfaz gráfica de ABAQUS, véase el interpretador de Python abajo.

Una vez introducidos los datos, aparecerá una estructura hecha con elementos de tipo **“Wire”** del diagrama de Voronoi calculado en MATLAB (figura 19):

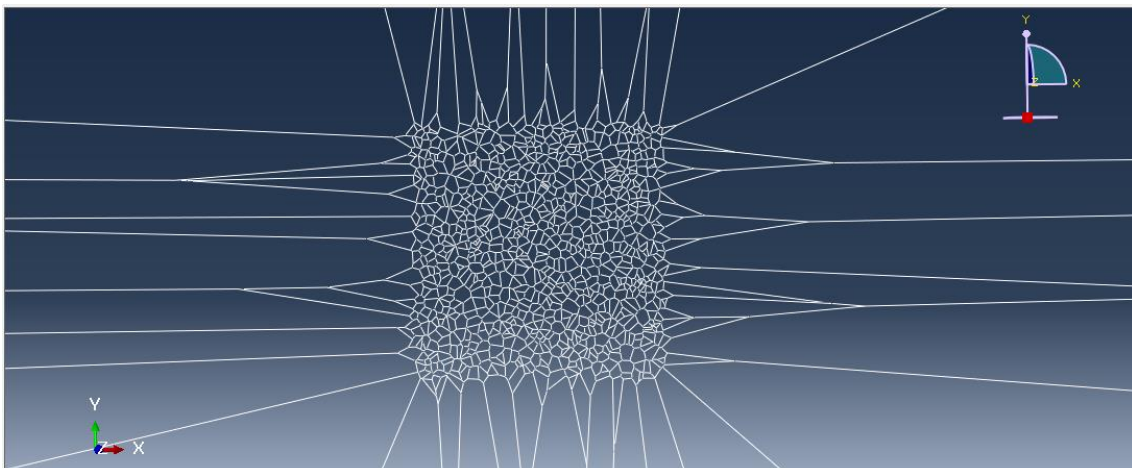


Figura 19. - Estructura de Voronoi ya introducida en ABAQUS, posteriormente se retirarán los vértices sobrantes, quedándose el diagrama normalizado de 0 a 1.

Si bien se trabaja con coordenadas normalizadas (elementos yendo de 0 a 1 en cualquier dirección espacial), **nuestro propio programa no ha cortado aquellos vértices de los granos que quedan en situaciones extremas, es decir, en los bordes del diagrama.**

Esto no supone ningún tipo de problema puesto que es fácilmente solucionable gracias a la forma en la que crearemos el diagrama en un elemento sólido, acotándolos con un cuadrado que va de 0 a 1 tanto en el eje horizontal como en el vertical.

Primero, crearemos un plano a través de **tres puntos** para poder utilizarlo luego como elemento geométrico. Para ello:

- Nos vamos a Part y luego a Create Datum Plane.
- Lo dejamos seleccionado hasta que aparezca un desplegable y hacemos clic en “3 points”

Dicho **plano debe ser paralelo al que contiene nuestro diagrama** (así el policristal quedará paralelo a los elementos “Wires” a la hora de realizar la partición) (figura 20), de forma que escogemos tres puntos cualesquiera no colineales del diagrama (es decir, cualesquiera del mismo).

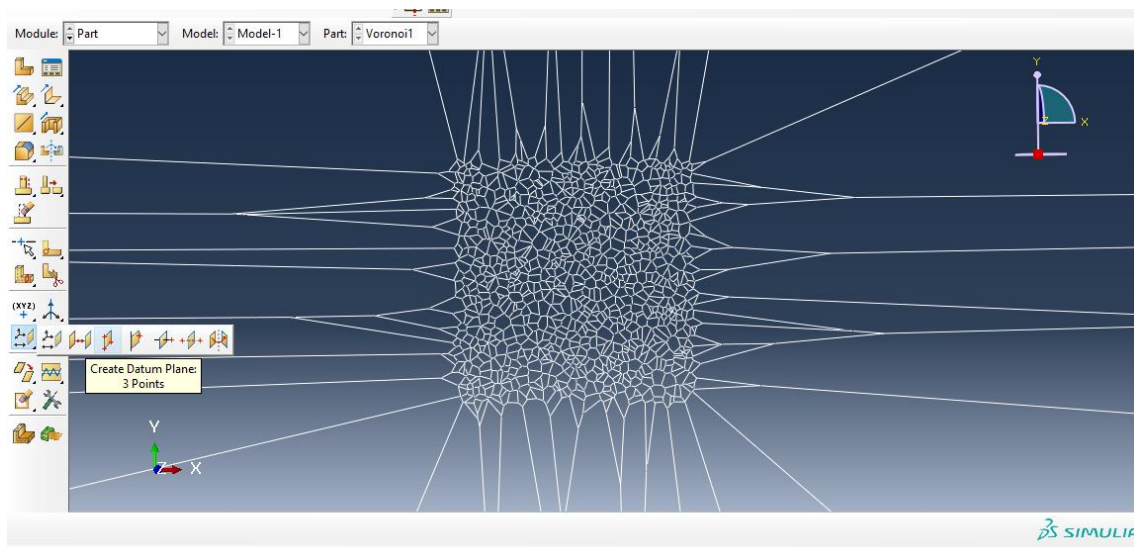


Figura 20. - Creación del plano paralelo a nuestro diagrama, luego serán retirados los bordes.

La estrategia a seguir será crear un elemento de tipo “shell” y luego utilizar la red de “wires” con el patrón de Voronoi que hemos insertado para “plasmarlo” en dicho elemento. **Esto quiere decir que cortaremos nuestra shell siguiendo la geometría de Voronoi.**

Por ello, el primer caso consistirá en crear el elemento tipo shell (figura 21). Para ello:

1. Hacemos clic en "Create Part".
2. Seleccionamos 3D shell en "Shape".
3. Y el tipo que sea "Planar".

Se adjunta una imagen de cómo debería quedar:

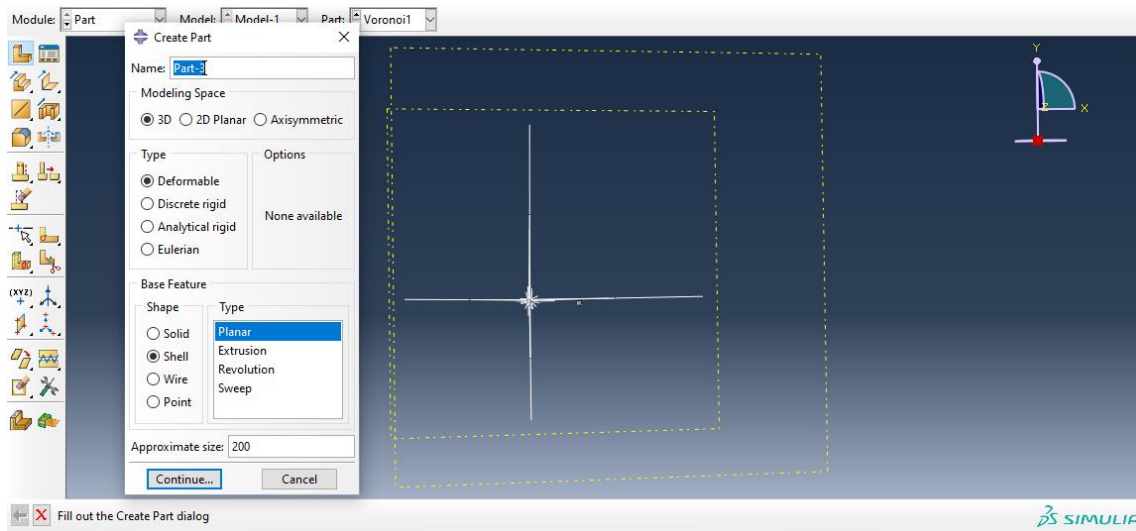
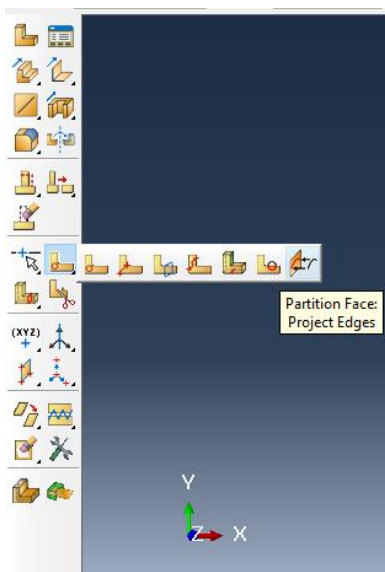


Figura 21. - Esquema de la creación de la placa, paralela a los elementos "Wire" creados.

Con la herramienta de "Sketch" se genera una placa cuadrada con las dimensiones del diagrama de Voronoi para posteriormente proyectarlo.

A continuación, dentro de "Parts" buscaremos la opción "Partition face" y haremos clic sobre "Project edges" (figura 22):



Una vez se ha seleccionado lo comentado en el párrafo anterior, nos pedirá "Faces to partition", de forma que elegiremos el elemento tipo "shell" creado anteriormente. Seguidamente nos preguntará por "Edges to project" de manera que escogeremos un cuadrado del tamaño aproximado de la placa de los elementos tipo "wire" con la geometría de Voronoi.

Una vez realizado estos pasos, ya se tendrá generada nuestra "shell" con el patrón del diagrama.

Figura 22. - Herramienta para la selección del corte.

3.3.- Creación de sistemas compuestos

Una vez se tiene definido de forma **geométrica** nuestro diagrama, es necesario asignarle unas determinadas propiedades. Por ello, definiremos dentro de ABAQUS dos materiales de tipo isótropo (definidos a través del módulo de Young y coeficiente de Poisson) según:

Material	Módulo de Young (GPa)	Coefficiente de Poisson
Alúmina (Al_2O_3)	380	0,220
Grafeno	669	0,416

Tabla 2.- Constantes elásticas de los materiales a simular [23,42].

Para definirlo, nos iremos a la sección **“Materials”** de ABAQUS y seleccionaremos **“Mechanical -> Elasticity -> Elastic”**. Y dentro del tipo de material **“Isotropic”**. Nos saldrá un recuadro que nos pedirá los dos datos mencionados. Para la alúmina se crea el material **“Alumina”** mientras que, para el grafeno, el material **“Grafeno”**.

Posteriormente es necesario crear una **sección** para asignar las propiedades de dicho material. De nuevo vamos al árbol de opciones del programa y hacemos doble clic en **“Sections”**. Se genera una sección homogénea de tipo **“continuum shell”** y se le asigna el material **“Alumina”** dentro del apartado **“Section Assignments”** en **“Parts”**.

A la hora de simular los ensayos mecánicos se consideraron dos materiales:

- Sistema compuesto por alúmina de pureza 99,8%.
- Sistema compuesto por alúmina y 4,3% en grano de grafeno.

En el caso del **sistema compuesto**, los granos de alúmina tomados fueron los siguientes (rojo):

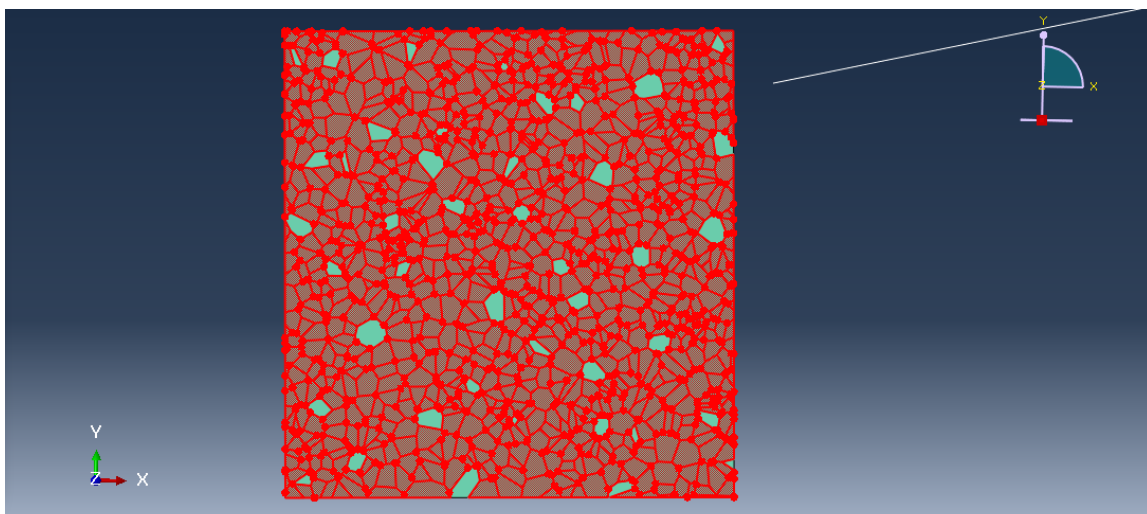


Figura 23. – Sistema compuesto. La alúmina policristalina en rojo con las inclusiones de grafeno en verde.

Y aquellos granos con las **propiedades del grafeno fueron los que aparecen en verde**. Se destaca que se han escogido 43 granos del total de 1000, de ahí el 4,3% "en grano". El hecho de que las inclusiones de grafeno tengan la misma forma que los granos de alúmina, es una **primera aproximación tal y como asume T. Zhou [37]** si bien la realidad no es así.

3.4.- Simulaciones mediante elementos finitos

Antes de introducir las condiciones físicas para realizar los diversos ensayos mecánicos en nuestro diagrama de Voronoi, es necesario seguir una serie de pasos comunes para todas las simulaciones.

Comenzamos creando el **"Assembly"**. Este paso consiste en "convertir" el problema de simulación en una única pieza (es un paso computacional). Para ello hacemos doble clic en **"Assembly"**, seguidamente elegimos **"Instances"** y se escoge nuestro diagrama.

A continuación, es necesario crear el **"Step"**, que sería definir los recursos del ordenador involucrados en la simulación y tipo de resolución numérica. Para ello nos vamos a **"Step"** dentro del árbol de opciones y seleccionamos **"Static / General"**.

Seguidamente, es necesario crear el **mallado**. Se busca la opción **"Mesh"** dentro del árbol de opciones, se ha escogido un tamaño de semilla de 0,0015 (lo más fino que nos permitía), **elementos tipo S4R** (elementos de tipo quad, integración reducida y lineales), quedando la malla para todas las simulaciones de la siguiente forma (figura 24):

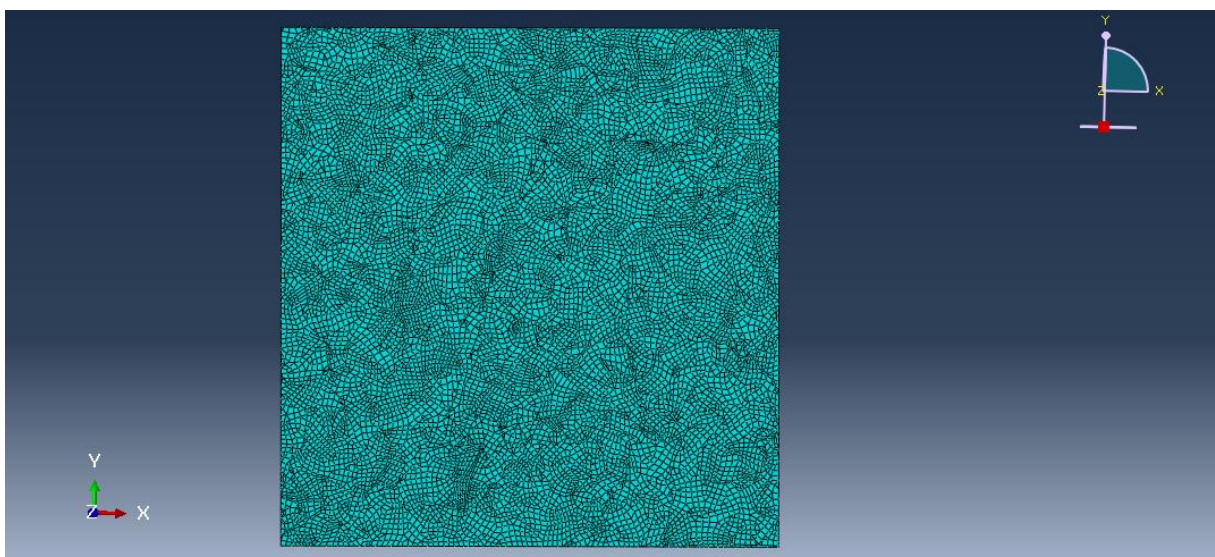


Figura 24. – Mallado generado en el sistema de estudio por FEM.

Lo siguiente son las **condiciones de contorno ("BC") y cargas ("Loads")**, pero esto se definirá para cada problema. Finalmente es necesario crear un **"Job"** que guarde todas las características de la simulación y proceda a ejecutarla. Se crea a través del árbol de opciones, haciendo doble clic sobre **"Job"** y dejando los elementos en predeterminado.

3.4.1- Ensayos de tracción con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

En este caso, las condiciones para el ensayo escogidas han sido las siguientes:

- Movimiento y rotaciones impedidas en extremo inferior horizontal del diagrama. **(BC)**
- Presión ejercida en el sentido positivo del eje Y sobre el extremo superior horizontal.

Para la creación de la **condición de contorno** nos vamos a **"BC"**, seleccionando el eje comentado y escogemos la opción **"Encastre"**. Para el caso de la carga aplicada, nos vamos a **"Loads"** y a continuación escogemos **"Shell edge load"**, imponiendo una magnitud de **10MPa** en la dirección comentada. El esquema de estas condiciones debe de quedar así (figura 25):

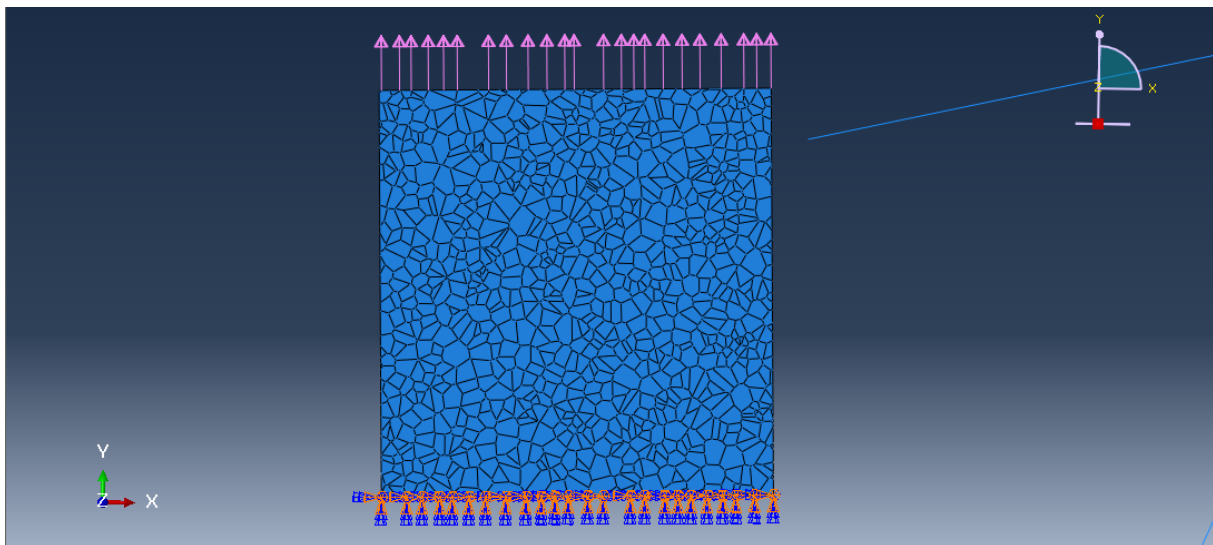


Figura 25. – Aplicación de las condiciones de contorno, extremo inferior fijo y carga de +10MPa en el superior (tracción).

3.4.2- Ensayos de compresión con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

Respecto al paso anterior lo único que hubo que cambiar es la dirección del a **presión ejercida**, teniendo en cuenta que la magnitud introducida valía ahora -10 MPa (figura 26).

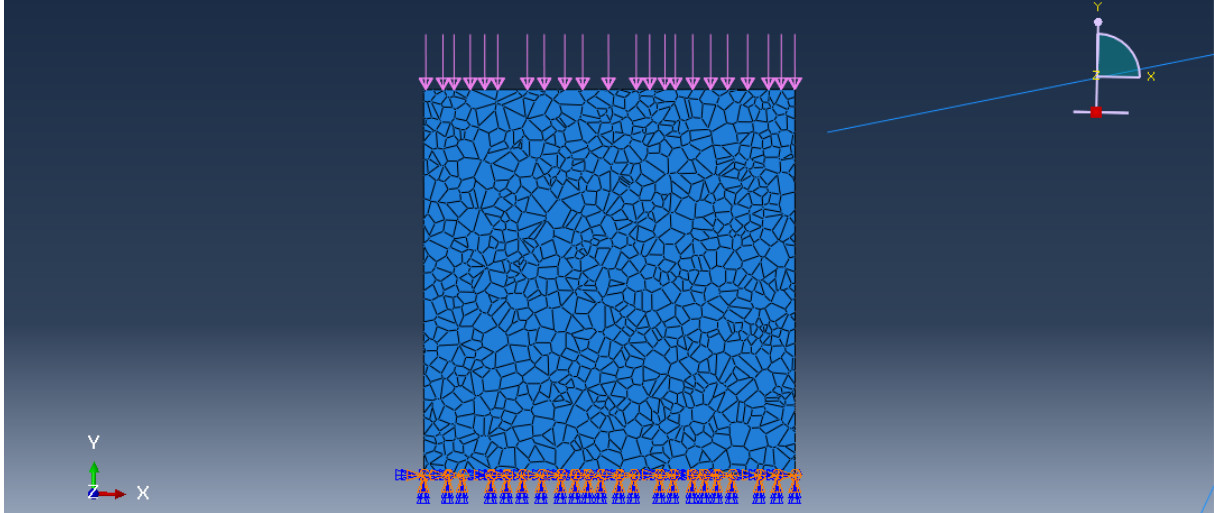


Figura 26. – Aplicación de las condiciones de contorno, extremo inferior fijo y carga de -10MPa en el superior (compresión).

3.4.3- Ensayos de indentación con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

Para este caso, es necesario crear una **fuerza de tipo puntual**. Las condiciones de contorno seguirán siendo las mismas que las de los apartados superiores. Para crear esta fuerza nos vamos a “**Loads**” y seleccionamos “**Force**”, asignándole un valor de -5N, puesto que la fuerza aplicada en los ensayos de microdureza suele ser del orden de los newtons [43]. Nuestro sistema quedó de la siguiente forma (figura 27):

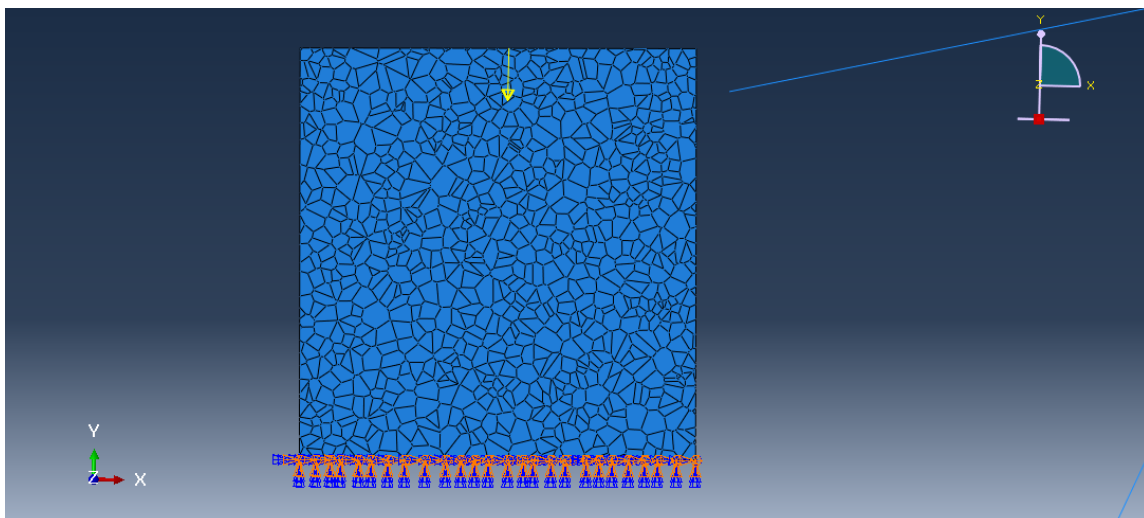


Figura 27. – Experimento de indentación con la aplicación de una fuerza de -2N señalada en amarillo. Mismas condiciones de contorno que en Fig.25.

4.-Resultados

4.1.- Construcción de sistemas modelos

En cuanto a la representación del **diagrama de Voronoi** obtenida fue (figura 28):

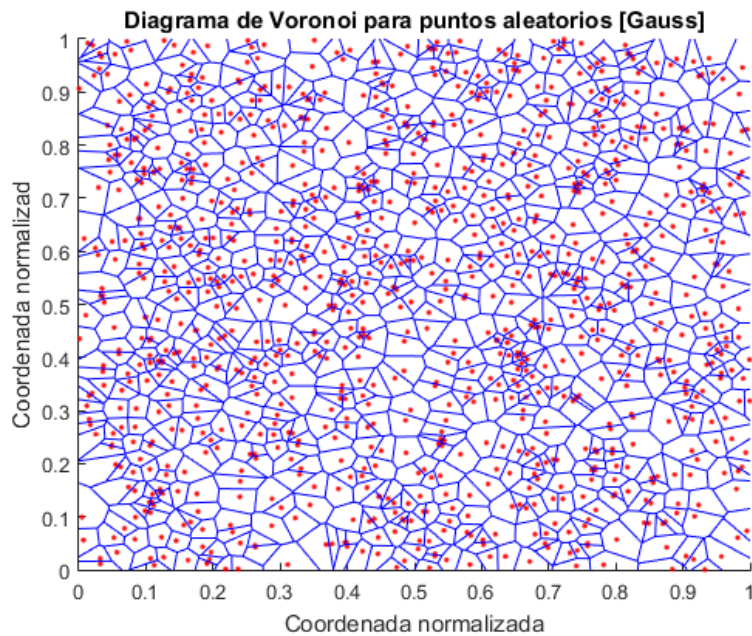


Figura 28.- Representación de un diagrama de Voronoi obtenido en MATLAB, coordenadas normalizadas.

Y respecto al algoritmo del cálculo de áreas (recordemos que son unidades normalizadas), para este mismo diagrama se obtuvo (figura 29):

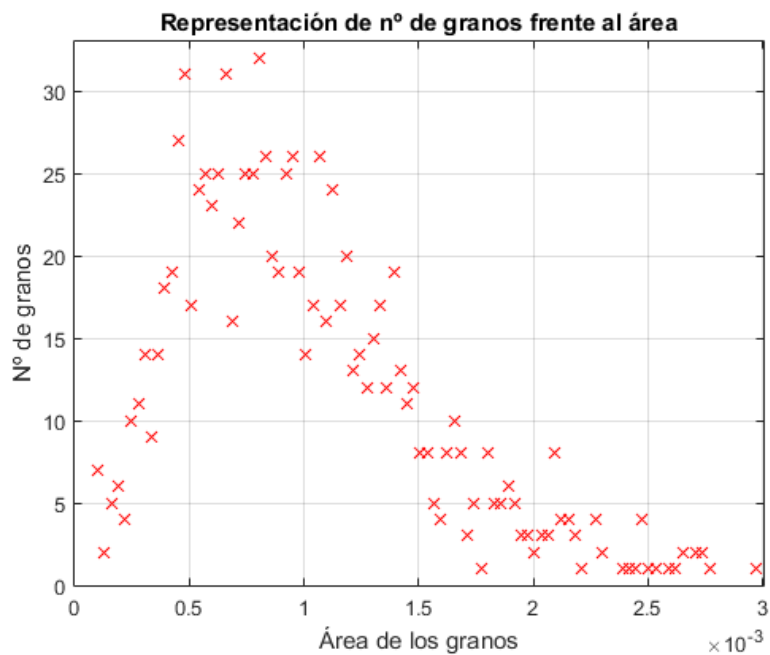


Figura 29.- Representación del número de granos frente al área de los mismos (unidades normalizadas), se observa una distribución logarítmica – normal.

Si hacemos la **ejecución en bucle para 50 diagramas y sumamos las curvas según lo explicado, se obtiene (figura 30):**

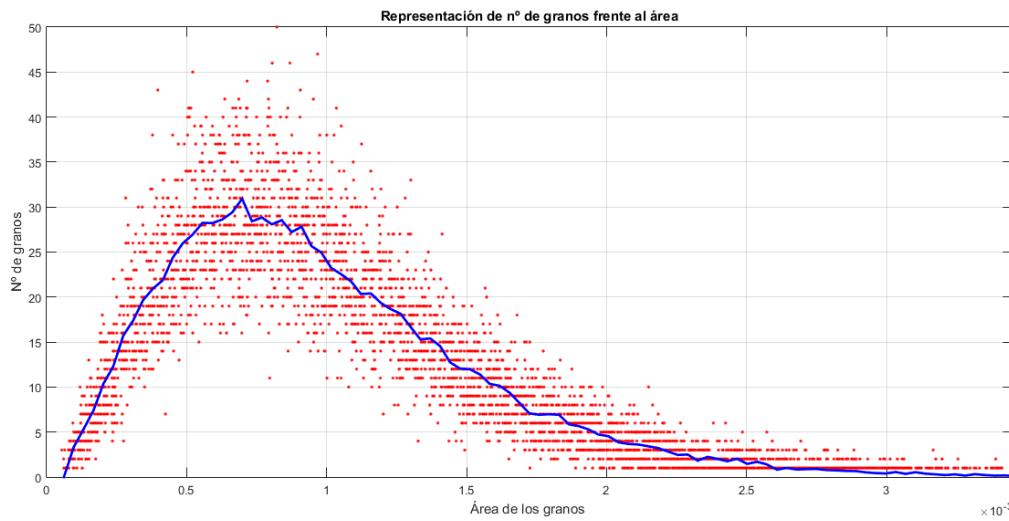


Figura 30.- Representación del nº de granos frente al área para 50 ejecuciones, se ha realizado la media del número de ejecuciones hasta obtener la línea azul

4.2.- Implementación de la matriz cerámica a FEM

Si se han seguido los pasos de forma adecuada, se tiene el siguiente resultado:

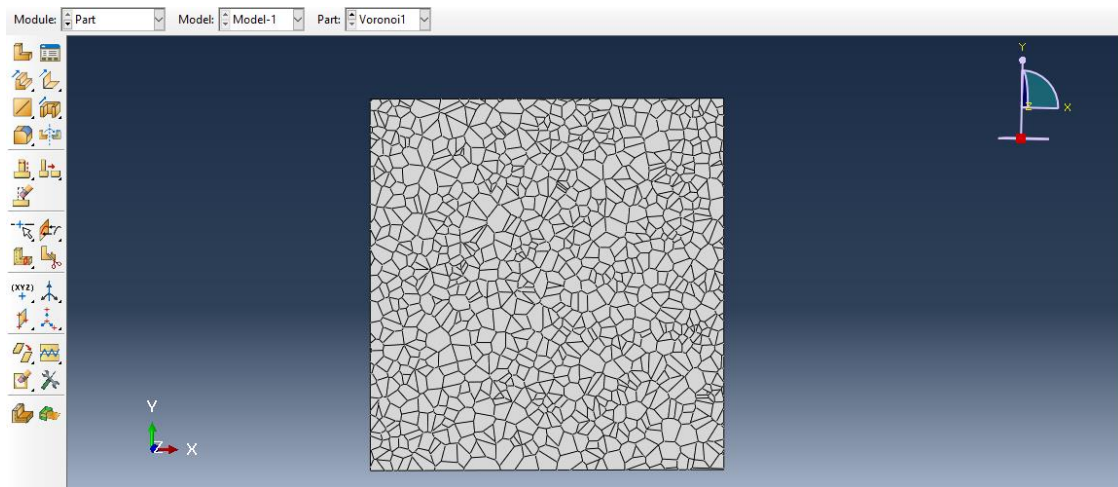


Figura 31. – Sistema de policristales ya integrados en ABAQUS, elementos geométricos bien definidos.

En la figura 31 se observa el punto de partida para los ensayos que se ejecutarán a continuación y explicados en la metodología.

4.3- Ensayos de tracción con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

Se programó todo según lo comentado en el apartado anterior y se ejecutó la simulación. Se representa en primera instancia la **estructura deformada con la no deformada** para ver la variación gráfica entre ambas para el caso de **99,8% de alúmina (figura 32)**:

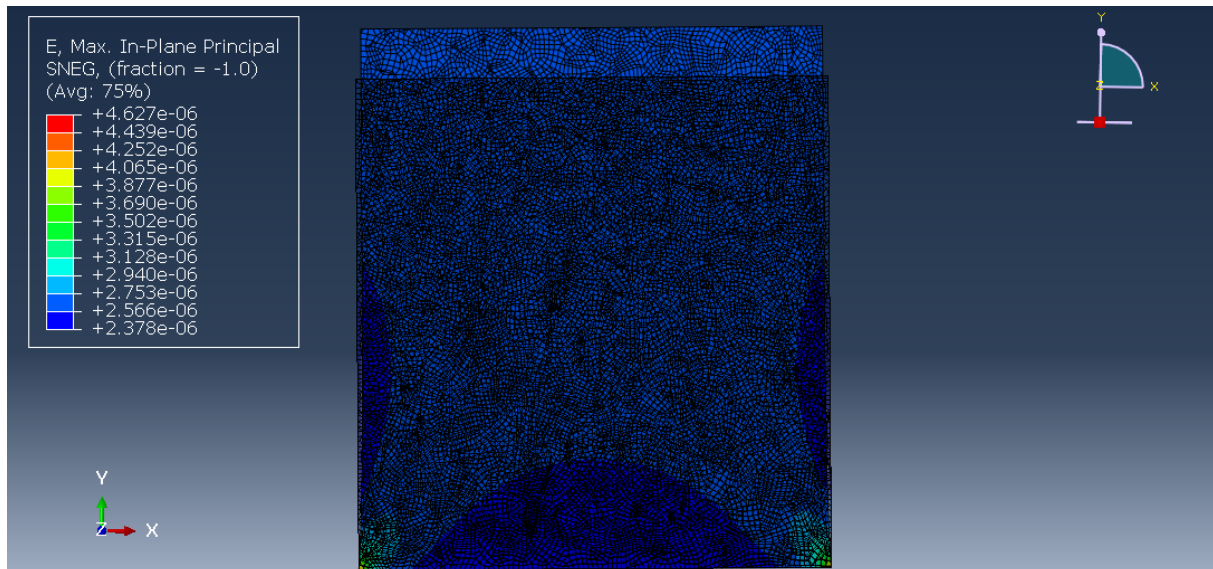


Figura 32. – Campo de deformaciones con estructura deformada y no deformada para un 99,8% de Al_2O_3 , se puede ver como a causa de la carga aplicada se deforma de manera acusada en dirección paralela a su aplicación.

En el caso de la **estructura deformada** individualmente (figura 33):

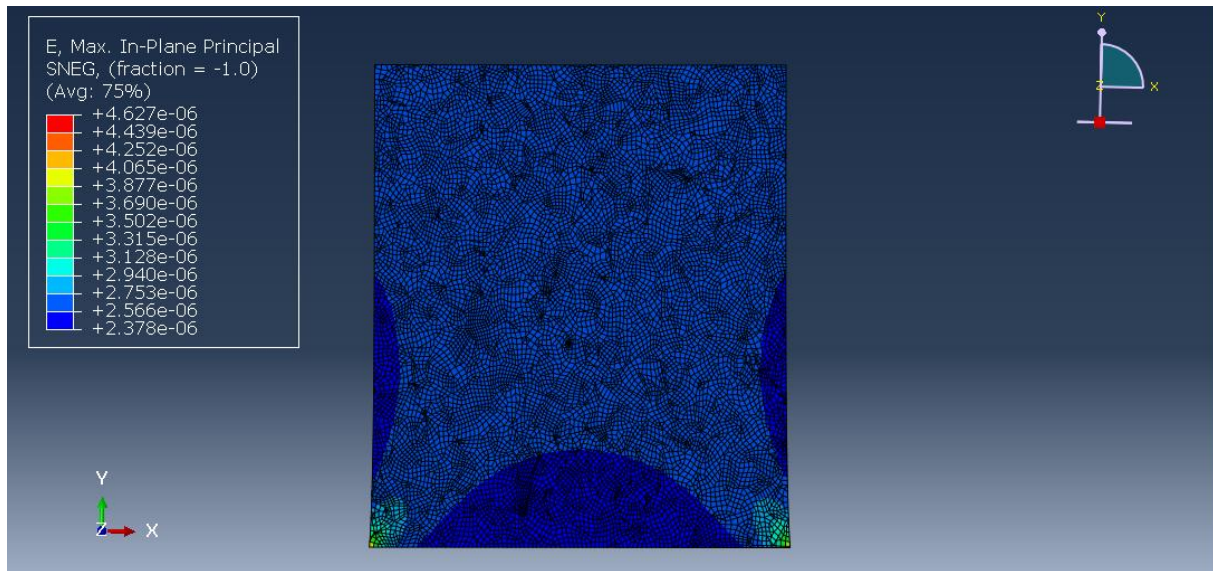


Figura 33. – Campo de deformaciones con estructura deformada para un 99,8% de Al_2O_3 , se aprecia que las condiciones de contorno del extremo inferior provocan que haya poco movimiento en dicha zona.

Y para el caso del **campo de desplazamientos**, se obtuvieron los siguientes resultados:

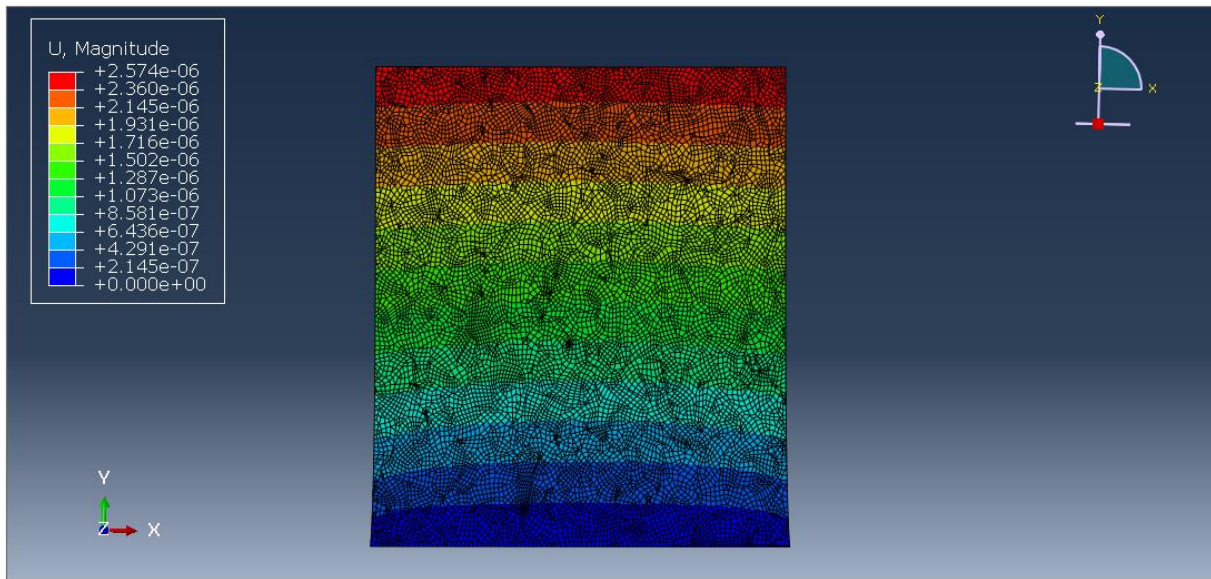


Figura 34. – Campo de desplazamientos para un 99,8% de Al_2O_3 , se observa un gradiente en el desplazamiento desde la zona restringida de movimiento hasta la aplicación de la carga, alcanzándose los máximos en la parte superior.

Si pasamos a estudiar el **sistema compuesto por un 4,3% en grano de grafeno**, los resultados quedaron de la siguiente forma, mostrándose en el mismo orden que los anteriores (ambas estructuras deformadas, estructura deformada individual y campo de desplazamientos):

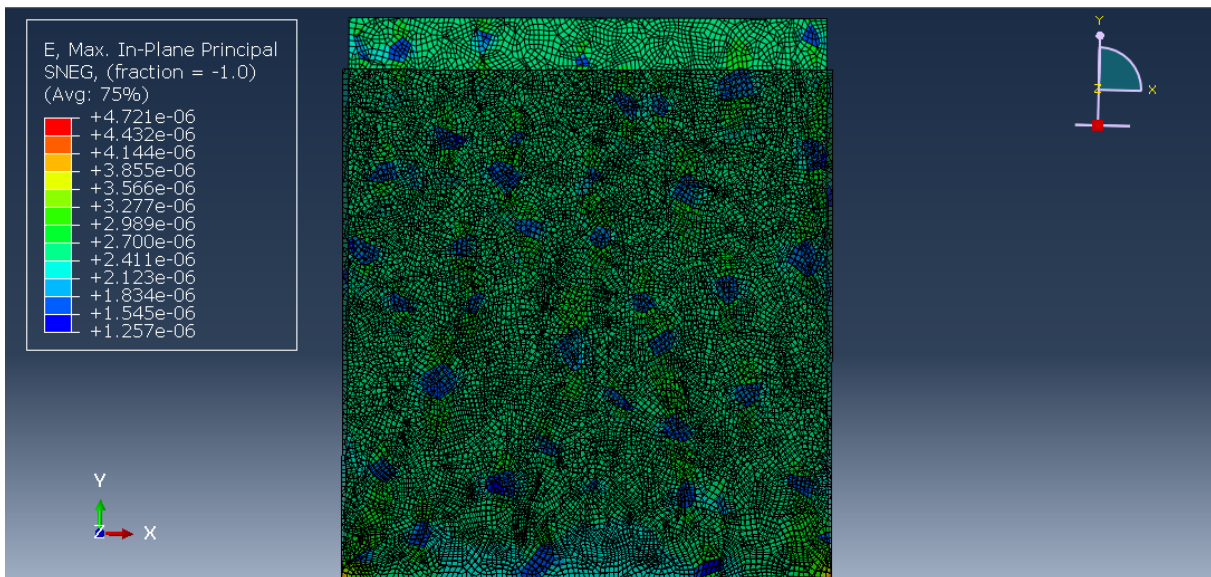


Figura 35. – Campo de deformaciones para el composite, superposición de estructura deformada y no deformada, de nuevo se aprecia un alargamiento del sistema según la dirección de la carga aplicada.

En este caso se aprecia muy fácilmente qué granos son aquellos que hemos marcado con las propiedades del grafeno, esto quedará mejor representado en la figura 36:

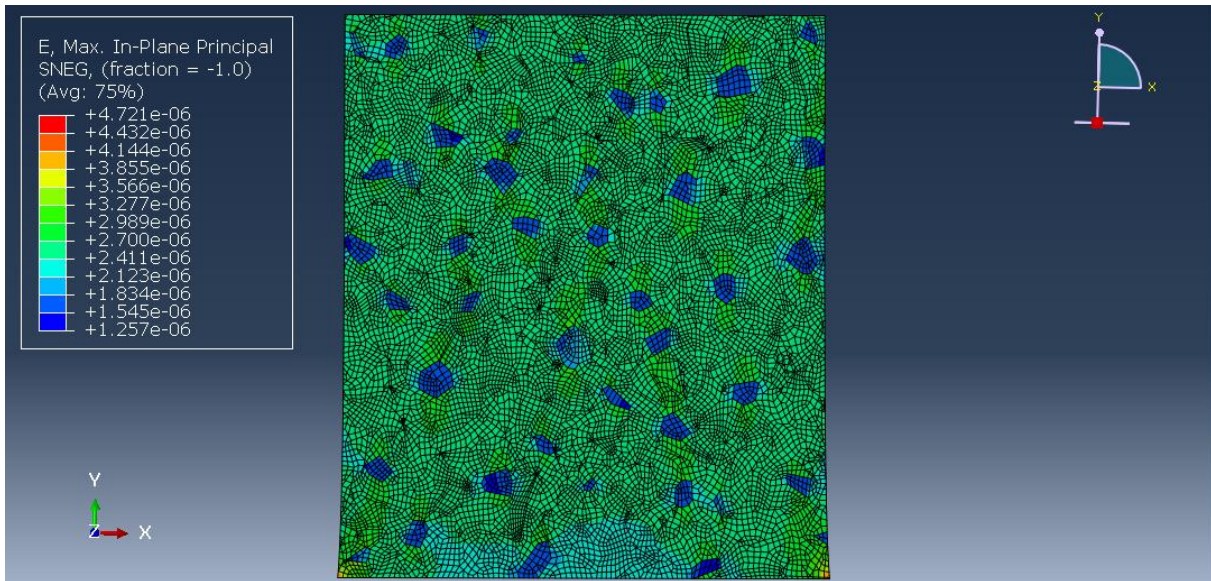


Figura 36. – Campo de deformaciones para el composite, se aprecia de forma clara la influencia de aquellos granos que poseen las propiedades del grafeno, se deforman menos y generan una atenuación de las deformaciones en su entorno.

Y en cuanto al **campo de desplazamientos** se tiene (figura 37):

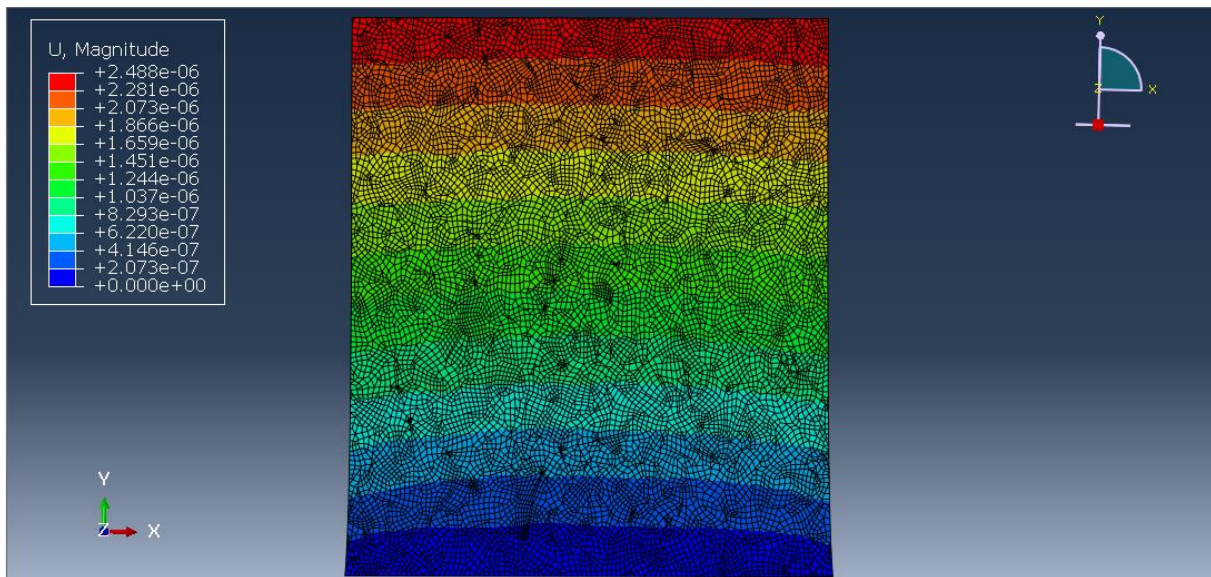


Figura 37. – Campo de desplazamientos para el composite, de nuevo se observa el mismo gradiente de desplazamientos que en la figura 34 si bien aquí son algo menores (primera cifra decimal) a causa del grafeno.

Se destaca que para los **campos de deformaciones (E)** se obtienen resultados muy similares en ambos casos, si bien los valores mínimos del composite son mucho menores que lo de la alúmina pura. Para el **campo de deformaciones (U)** se obtienen resultados cualitativamente similares, si bien el máximo para el composite es un 3,34% menor que para la alúmina pura.

4.4- Ensayos de compresión con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

La única diferencia con el caso anterior es la dirección de aplicación de la presión, concretamente **hacia el interior del material, con idéntico valor de 10MPa**. Se obtiene la siguiente representación para el caso deformado y no deformado del campo de deformaciones para la **alúmina del 99,8% (figura 38)**:

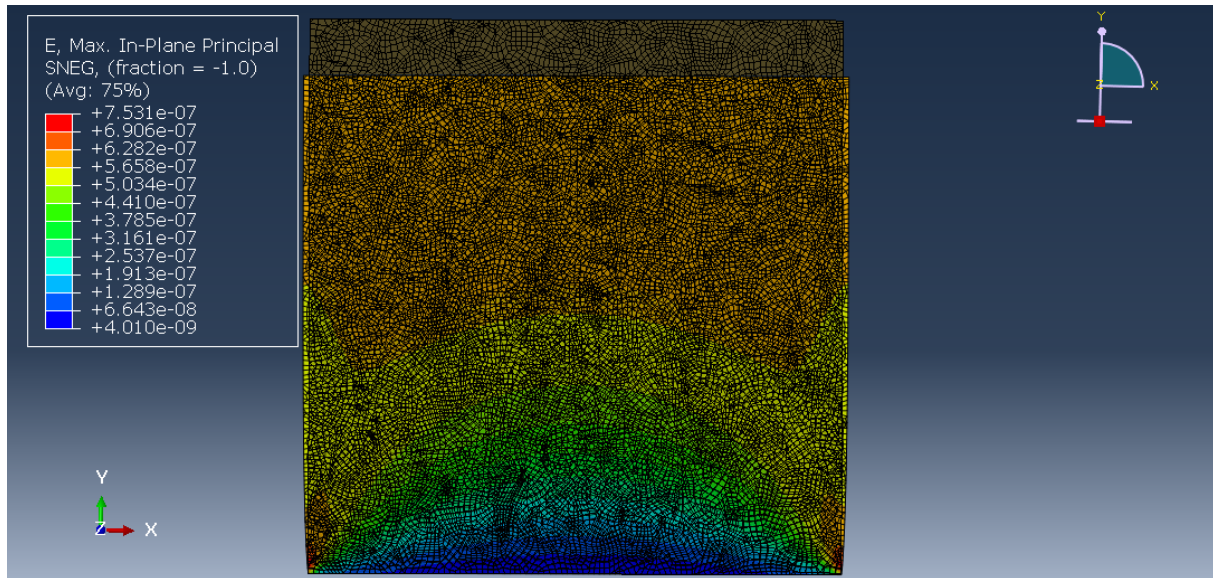


Figura 38. – Campo de deformaciones para la alúmina al 99,8%, estructura deformada y no deformada, a diferencia de tracción ocurre un abombamiento de la estructura, acortándose en el eje Y.

Y para la representación únicamente de la **estructura deformada (figura 39)**:

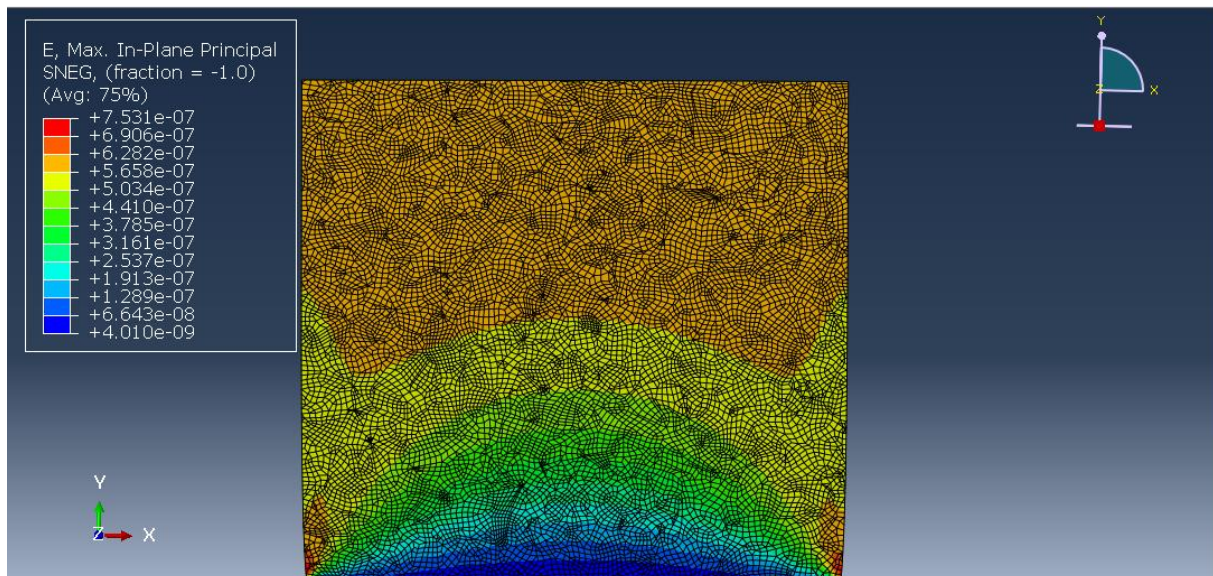


Figura 39. – Campo de deformaciones para la alúmina al 99,8%, estructura deformada, se aprecia como la mayor parte de la carga es soportada en la zona alrededor de la aplicación de la misma, junto a las esquinas inferiores donde se alcanzan los máximos.

Y para el caso del **campo de desplazamientos**, se tiene (figura 40):

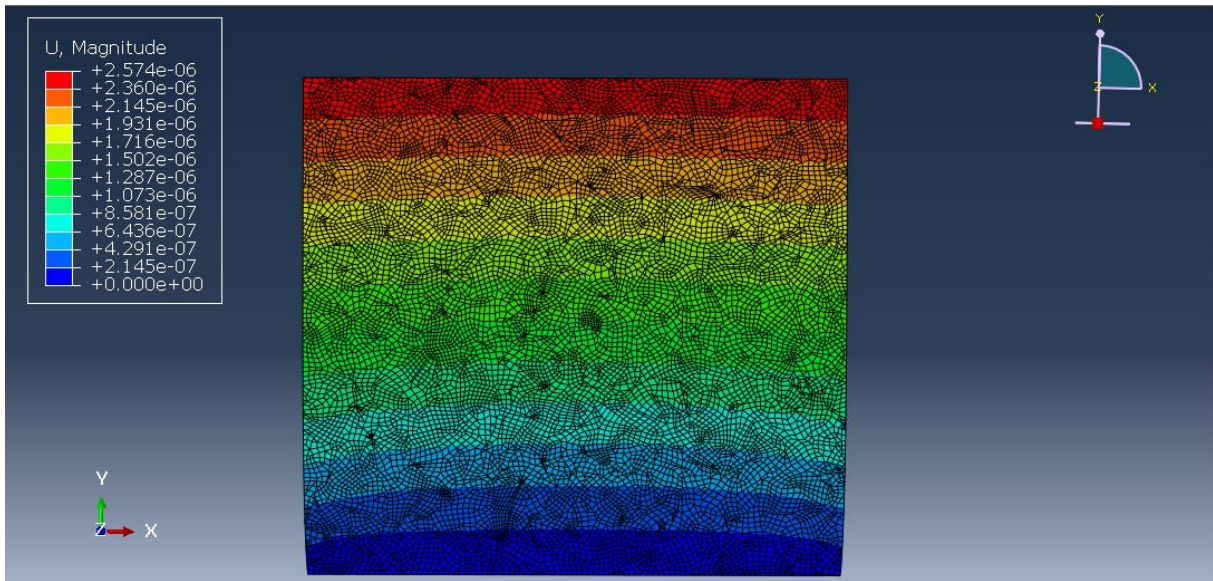


Figura 40. – Campo de desplazamientos para la **alúmina al 99,8%**, estructura deformada, se puede apreciar un gradiente de desplazamientos desde la parte inferior (restricción de movimiento) hasta la superior donde se aplica la carga.

Si pasamos a estudiar el **sistema compuesto por un 4,3% en grano de grafeno**, los resultados quedaron de la siguiente forma, mostrándose en el mismo orden que los anteriores (ambas estructuras deformadas, estructura deformada individual y campo de desplazamientos):

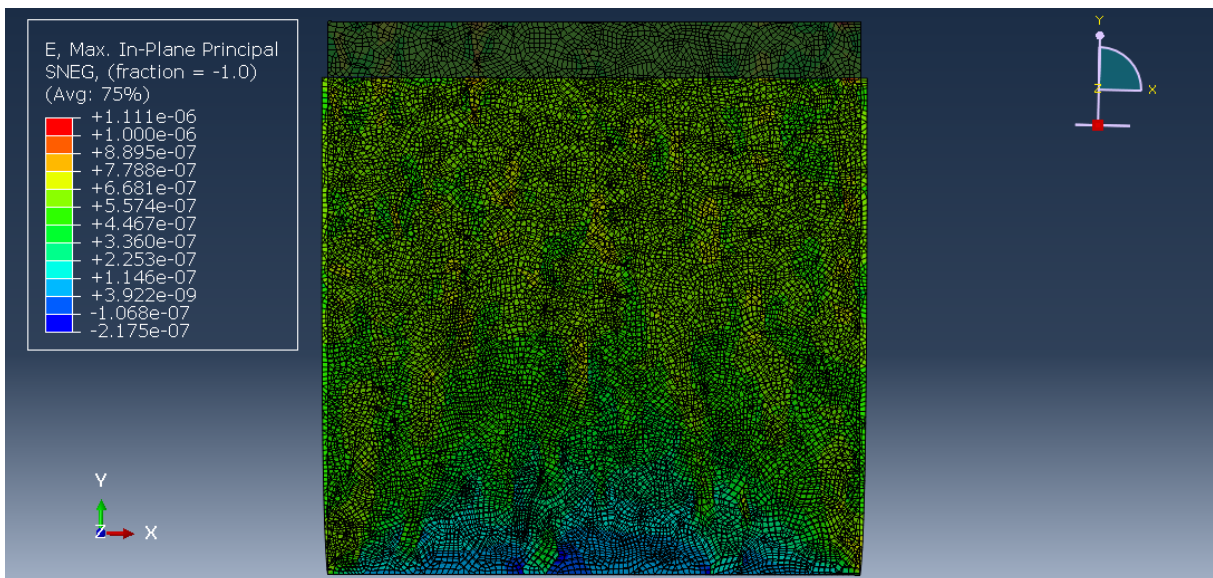


Figura 41. – Campo de deformaciones para la estructura deformada y no deformada del composite, se observa de igual manera que para la **alúmina** el abombamiento de los laterales y achatamiento en el eje Y.

Y para el caso únicamente de la estructura deformada del **campo de deformaciones** para el caso del composite se tiene (figura 42):

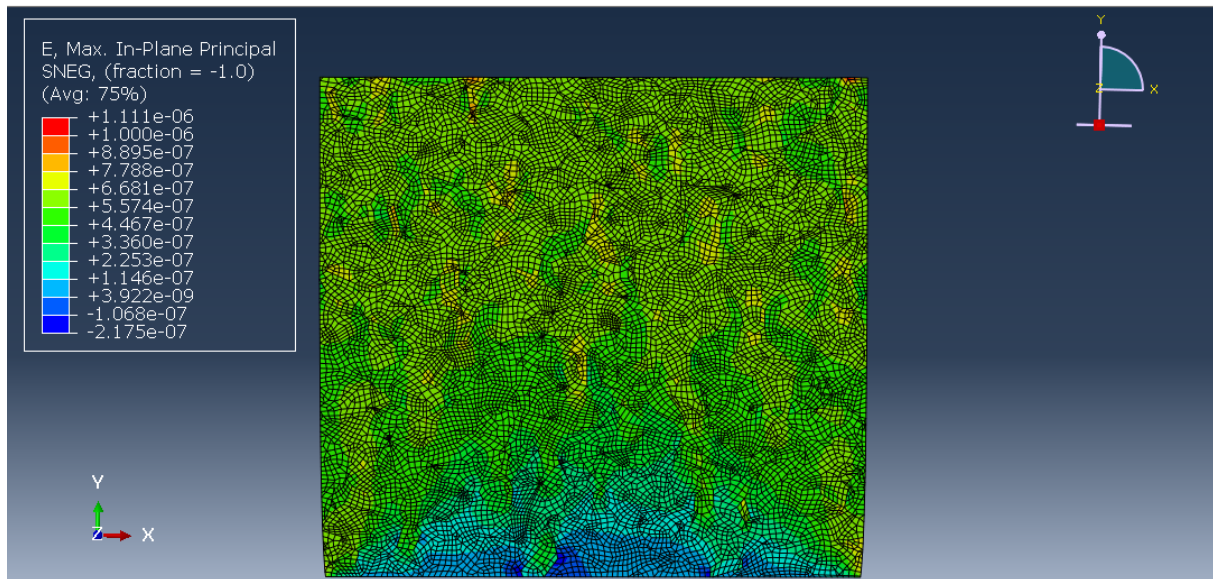


Figura 42. – Campo de deformaciones para la estructura deformada del composite, se observa la clara diferencia con el caso de alúmina pura, ahora el campo de deformaciones es más homogéneo ya que las inclusiones de grafeno actúan como disipadores de las tensiones.

Para el caso del **campo de desplazamientos** se tiene (figura 43):

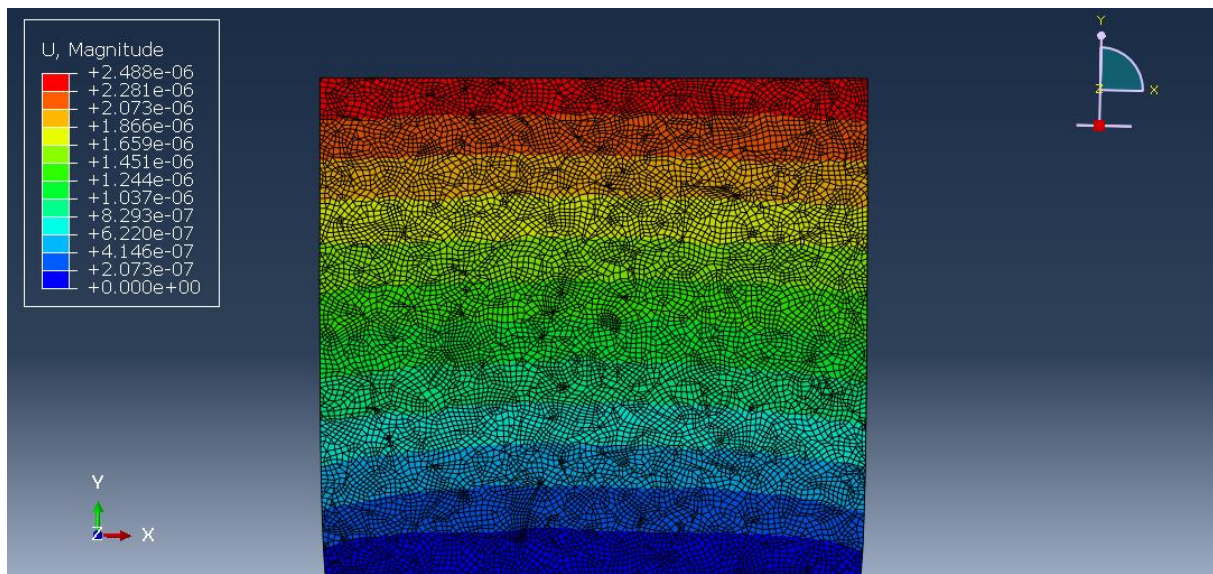


Figura 43. – Campo de desplazamientos para la estructura deformada del composite, en este caso sí se observan similitudes con el campo de desplazamientos de la alúmina, si bien los valores máximos son más pequeños.

Se ve en el **campo de deformaciones** que el composite cambia mucho respecto al caso de la alúmina pura, teniéndose unas **deformaciones más homogéneas en el primer caso**. Para el campo de desplazamientos no se observa un cambio relativo demasiado amplio, siendo a nivel cualitativo casi idénticos.

4.5- Ensayos de indentación con Al_2O_3 y Al_2O_3 con 4,3% en grano de grafeno

Para este caso, se aplicó una **fuerza puntual de -5N** en el punto medio del eje horizontal superior del diagrama, a la vez que condiciones de **desplazamiento y rotación nulas** en el extremo horizontal inferior. En este caso **no hay estructura deformada apreciable** como en los ensayos de tracción y compresión. Se muestran los resultados para la **alúmina al 99,8%**:

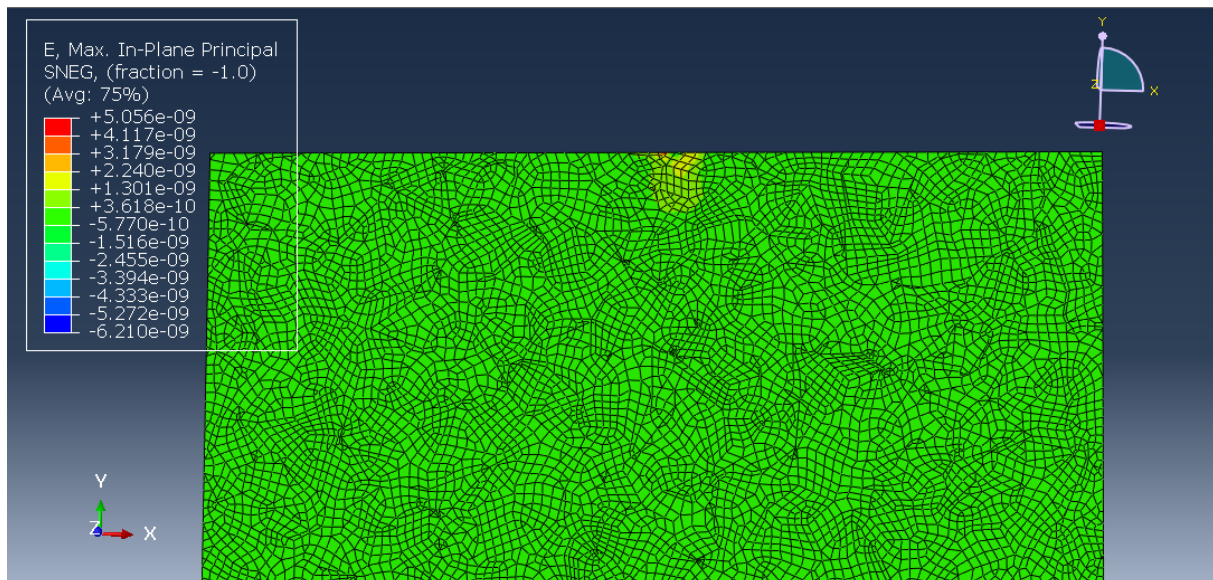


Figura 44. – Campo de deformaciones para la Indentación de alúmina 99,8%, se observa que apenas tiene efecto más allá del cercano a la zona de Indentación.

Y para el **campo de desplazamientos se tiene (figura 45):**

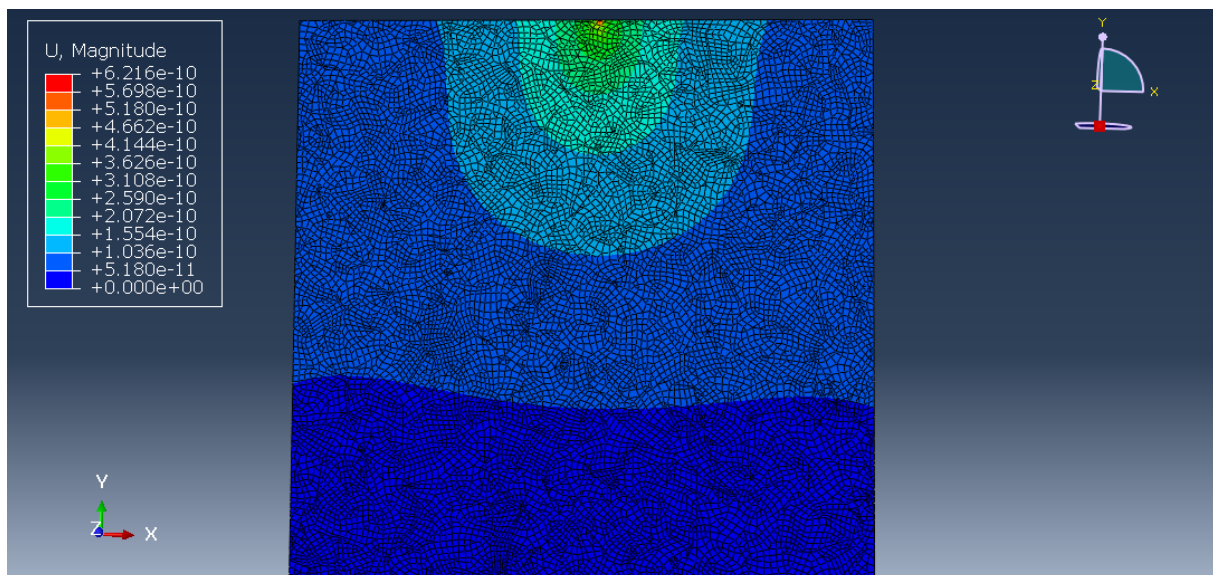


Figura 45. – Campo de desplazamientos para la indentación de alúmina 99,8%, se observa un efecto más global respecto al campo de deformaciones, concretamente de tipo radial desde la zona de indentación.

En el caso del **composite**, se obtuvieron los siguientes resultados (figura 46):

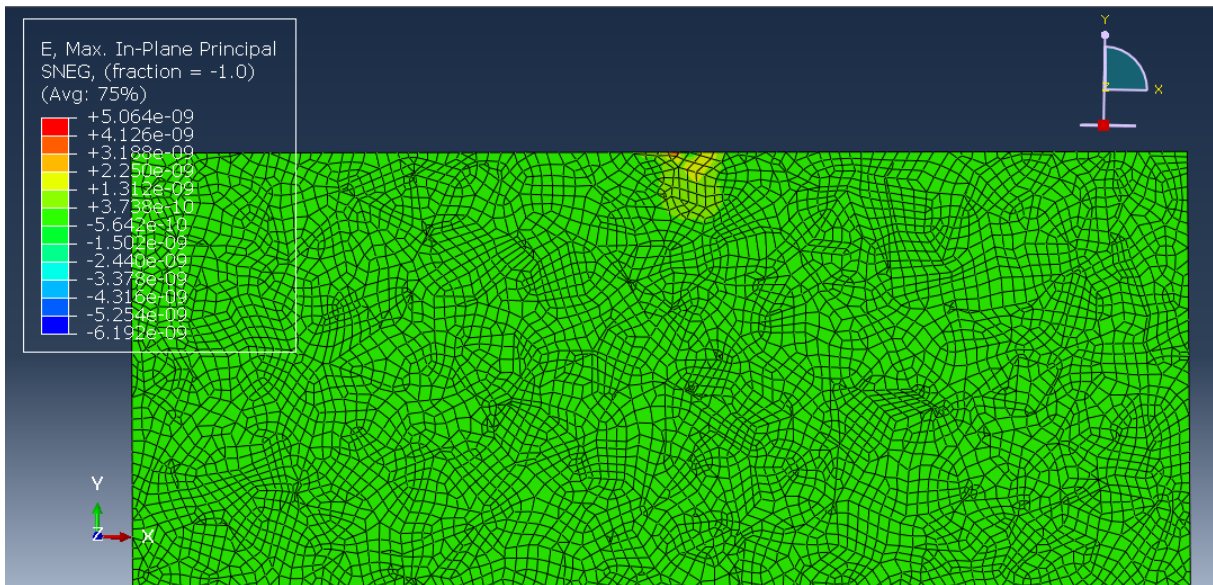


Figura 46. – Campo de deformaciones para la Indentación del composite, cualitativamente se obtiene el mismo resultado que el anterior, si bien los valores cambian a partir de la segunda cifra decimal.

Mientras que para el campo de **desplazamientos** se obtuvo (figura 47):

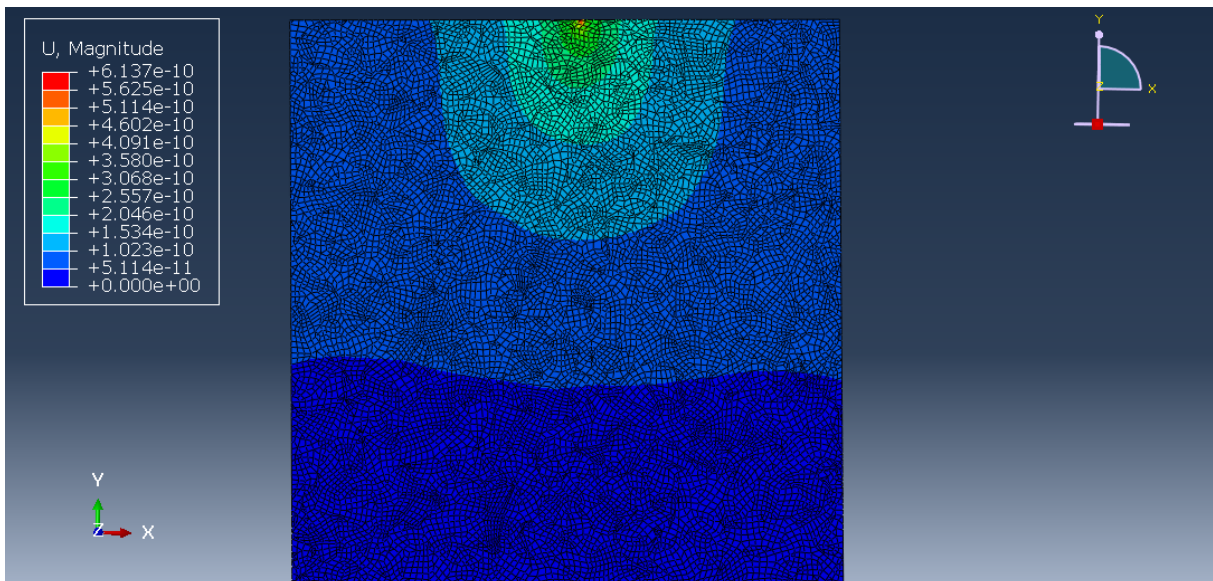


Figura 47. – Campo de desplazamientos para la indentación del composite, se observa que al igual que en el caso de la alúmina pura, no se aprecian altos desplazamientos debido al bajo valor utilizado para la indentación (-5N).

Para este **ensayo se observa una analogía en ambos casos**, obteniéndose una disipación de la fuerza aplicada casi completa en la mitad superior del diagrama.

5.-Conclusiones.

Se ha llevado a cabo una profunda revisión bibliográfica en cuanto al estudio de los materiales cerámicos: partiendo de sus orígenes y respuesta mecánica elástica hasta llegar a la fractura, como de los distintos tipos de **alótropos de carbono** que aparecen con sus ventajas y desventajas. Una vez conocidos estos, se estudiaron los diversos mecanismos de refuerzo que presentan en una matriz policristalina a la vez que se sentaron las bases del **método de los elementos finitos** y se investigó en el estado del arte del mismo aplicado a nuestro problema, encontrando una clara evolución orientada al uso de los elementos finitos integrando representaciones de los policristales de tipo Voronoi.

Se ha conseguido construir en MATLAB un diagrama de Voronoi con todos sus parámetros geométricos bien definidos y se ha constatado que cuando las **semillas del diagrama** se dispersan siguiendo una distribución gaussiana, la distribución de grano del diagrama seguirá una **distribución logarítmica - normal**, tal y como ocurre en los sistemas cristalinos reales, según se ha podido estudiar. Se destaca que nuestro diagrama presenta una **mejor representación de la realidad** que aquellos simulados por Zhou en [35-38] donde únicamente se normalizaba la distribución al tamaño medio de grano.

Posteriormente se ha desarrollado un script en Python para que ABAQUS pudiera interpretar de manera satisfactoria los diagramas para poder construir la teselación según elementos tipo "Wire" y así trabajar con ellos. A continuación, se construyó una placa en el mismo plano de dichos elementos y se realizó una partición en base a la geometría de generada. Posteriormente, se realizaron diversos ensayos de **tracción, compresión e Indentación** una vez se definió de forma adecuada las distintas características mecánicas del material (caso de alúmina pura al 99,8% y caso del composite).

En cuanto a los resultados obtenidos para los **ensayos de tracción**, se destacan que los campos de deformaciones (E) son muy similares entre ambos casos y se observa el correcto estrechamiento de los **laterales** según la mecánica elástica lineal (dado por el coeficiente de Poisson). Se observa que para el caso del **composite** los valores mínimos son mucho menores que los de la alúmina pura, concretamente en los granos con propiedades mecánicas superiores (grafeno) y el en contorno de los mismos. Finalmente, se destaca que en el **campo**

de deformaciones (U), se obtienen resultados cuantitativamente similares, si bien el máximo para el composite es un 3,34% menor que para la alúmina pura.

En cuanto a los resultados obtenidos para **los ensayos de compresión** se observa el achatamiento de la estructura tal y como cabría esperar. Respecto al **campo de deformaciones**, se ve que el composite cambia mucho en comparación con la alúmina pura. Se ve unas deformaciones más homogéneas en el caso de este primero, siendo los valores máximos por lo general más pequeños que para la alúmina pura donde se aprecia un gradiente que aumenta desde las condiciones de encastre hasta la aplicación de la carga.

Para el **campo de desplazamientos (U)** no se observa un cambio relativo demasiado amplio, siendo significativo únicamente a partir de la segunda cifra decimal, dando unos resultados idénticos a nivel cualitativo (esquema de colores).

Finalmente, para el **ensayo de indentación** se han obtenido resultados muy similares en ambos campos representados para el caso de la alúmina pura y el composite, tanto en el **deformaciones como en el de deformaciones**. Se debe al valor de la fuerza utilizado para tal ensayo, obteniéndose una disipación de la misma casi completa en la mitad superior del diagrama.

6.-Agradecimientos.

La realización de este texto científico no hubiera podido ser posible sin la ayuda de: **Víctor Morales Flórez y Francisco de Paula Jiménez Morales**, mis tutores, quienes me aceptaron de buen grado al interesarme por su línea de investigación, proporcionándome una ayuda y comprensión fundamental. A **José Reinoso Cuevas** del grupo de investigación de Elasticidad y Resistencia de Materiales, quien me ayudó de forma notable a todo lo relacionado con ABAQUS; a **Jakob Sievers**, quien me proporcionó una herramienta completa para la generación de los diagramas en MATLAB; a **Pedro Rivero Antúnez** por su ayuda con los mecanismos de endurecimiento de las cerámicas y a **todo el grupo de investigación del proyecto INTRACER**, quienes me dieron la oportunidad de exponer mi trabajo en el primer congreso de tal proyecto y aprendí muchas cosas del resto de conferencias. Finalmente, a **Alexandra Elbakyan** por la creación de Sci – Hub, porque sin ella no hubiera podido acceder a la mayoría de los artículos que he necesitado consultar, siendo su labor ahora más necesaria que nunca.

7.-Bibliografía.

- [1] M. Meyes & K. Chawla, "Mechanical behavior of materials". Cambridge University Press, New York, 2ª edición, 2009. ISBN-13 978-0-511-45557-5.
- [2] C. Barry Carter & M. Grant Norton, "Ceramic materials, Science and Engineering". Springer, New York, 2ª edición, 2007. ISBN-10: 0-387-46270-8.
- [3] W. F. Hosford, "Mechanical behavior of materials" Cambridge University Press, New York, 2ª edición, 2010. ISBN-13 978-0-521-19569-0.
- [4] J. Roesler, H. Harders, M. Baeker, "Mechanical behaviour of engineering materials, metals, ceramics, polymers and composites." Springer, Berlin, 1ª edición, 2007. ISBN 978-3-540-73446-8.
- [5] H. L. Calambás Pulgarín & M. P. Albano. "Sintering and Microstructure of Al₂O₃ and Al₂O₃-ZrO₂ Ceramics". *Procedia Materials Science*, 8, (2015), 180-189. doi: 10.1016/j.mspro.2015.04.062.
- [6] A.M. Mendes, M.C.B. Costa, V.D. Araújo, F.V. Motta, C.A. Paskocimas, W. Acchar, E. Longo, M.R.D. Bomio & L.S. Cavalcante. "Effect of sintering parameters using the central composite design method, electronic structure and physical properties of yttria-partially stabilized ZrO₂ commercial ceramics". *Material Science – Poland*, 35 (1), (2017), 225–238. doi:10.1515/msp-2017-0035.
- [7] H. Lim & S. W Hoag. "Plasticizer Effects on Physical–Mechanical Properties of Solvent Cast Soluplus® Films". *AAPS PharmSciTech*, 14 (3), (2013), 903–910. doi:10.1208/s12249-013-9971-z.
- [8] J. Pelleg. "Mechanical properties of materials". Springer, New York, 1ª edición, 2013. ISBN 978-94-007-4342-7.
- [9] S. Somiya. "Handbook of Advanced Ceramics Materials: Applications, Processing, and Properties". Elsevier Publisher, New York, 2ª edición. ISBN: 978-0-12-385469-8.
- [10] Keranova AB, "Materials Properties" : http://www.keranova.se/Engelsk/Exceltabell_E.htm. Enero 2006.
- [11] Wikipedia, "Dureza Vickers" : https://es.wikipedia.org/wiki/Dureza_Vickers. Mayo 2019.
- [12] V. Morales Flórez et al. Memoria del proyecto : "Refuerzo intragranular de cerámicas con fases de baja dimensionalidad (INTRACER)". PGC2018-094952-B-I00.
- [13] P. Rivero-Antúnez, R. Cano-Crespo, L. Esquivias, N. de la Rosa-Fox, C. Zamora-Ledezma, A. Domínguez-Rodríguez, V. Morales-Flórez. "Mechanical characterization of sol-gel alumina-based ceramics with intragranular reinforcement of multiwalled carbon nanotubes". *Ceramics International*, 2020. Artículo aceptado.

- [14] G. Van Lier, C. Van Alsenoy, V. Van Doren, & P. Geerlings. "Ab initio study of the elastic properties of single-walled carbon nanotubes and graphene". *Chemical Physics Letters*, 326(1-2), (2000), 181–185. doi:10.1016/s0009-2614(00)00764-8.
- [15] M. J. Treacy, T.W. Ebbesen, & J.M. Gibson. "Exceptionally high Young's modulus observed for individual carbon nanotubes". *Nature*, 381(6584), (1996) 678–680. doi:10.1038/381678a0.
- [16] M. Yu. "Strength and Breaking Mechanism of Multiwalled Carbon Nanotubes Under Tensile Load". *Science*, 287(5453), (2000), 637–640. doi:10.1126/science.287.5453.637.
- [17] R.E. Smalley. "Crystalline Ropes of Metallic Carbon Nanotubes". *Springer Series in Materials Science*, (1998), 31–40. doi:10.1007/978-3-662-03569-6_3.
- [18] Y. Ando, X. Zhao, H. Shimoyama, G. Sakai, & K. Kaneto. "Physical properties of multiwalled carbon nanotubes". *International Journal of Inorganic Materials*, 1(1), (1999), 77–82. doi:10.1016/s1463-0176(99)00012-5.
- [19] R.H. Baughman, A.A. Zakhidov, W.A. de Heer. "Carbon nanotube-the route toward applications". *Science* 297, (2002), 787–792. doi: 10.1126/science.1060928.
- [20] M.J Biercuk, M.C. Llaguno, M. Radosavljevic, J.K. Hyun, A. T. Johnson & J.E. Fischer. "Carbon nanotube composites for thermal management". *Applied Physics Letters*, 80(15), (2002), 2767–2769. doi:10.1063/1.1469696.
- [21] L. M. Peng, Z. L. Zhang, Z. Q. Xue, Q.D. Wu, Z. N. Gu & D.G. Pettifor. 'Stability of Carbon Nanotubes: How Small Can They Be?' *Physical Review Letters*, 85(15), (2000), 3249–3252. doi:10.1103/physrevlett.85.3249.
- [22] Z. Gu, Y. Yang, K. Li, X. Tao, G. Eres, J.Y Howe, ... Z. Pan. "Aligned carbon nanotube-reinforced silicon carbide composites produced by chemical vapor infiltration". *Carbon*, 49(7), (2011), 2475–2482. doi:10.1016/j.carbon.2011.02.016.
- [23] C. Damodara Reddy, S. Rajendran, K. M. Liew. "Equilibrium configuration and elastic properties of finite graphene". *Nanotechnology*. 17, (2006), 864–870. doi:10.1088/0957-4484/17/3/042.
- [24] S. Bueno, C. Baudín. "Mechanical behaviour of structural ceramics". *Bol. Soc. Esp. Ceram.*, 46 (3), (2007), 103-118.
- [25] G. D. Zhan, J.D. Kuntz, J. Wan & A. K. Mukherjee. "Single-wall carbon nanotubes as attractive toughening agents in alumina-based nanocomposites". *Nature Materials*, 2(1), (2002), 38–42. doi:10.1038/nmat793.
- [26] J. P. Fan, D. M. Zhuang, D. Q. Zhao, G. Zhang. M. S. Wu, F. Wei & Z. J. Fan. "Toughening and reinforcing alumina matrix composite with single-wall carbon nanotubes". *Applied Physics Letters*, 89(12), (2006), 121910. doi:10.1063/1.2336623.

- [27] J. Cho, A. R. Boccaccini & M. S. P. Shaffer. 'Ceramic matrix composites containing carbon nanotubes'. *Journal of Materials Science*, 44(8), (2009), 1934–1951. doi:10.1007/s10853-009-3262-9.
- [28] A. Kasperski, A. Weibel, D. Alkattan, C. Estournès, C. Laurent & A. Peigney. "Double-walled carbon nanotube/zirconia composites: Preparation by spark plasma sintering, electrical conductivity and mechanical properties." *Ceramics International*, 41(10), (2015), 13731–13738. doi:10.1016/j.ceramint.2015.08.034.
- [29] M. Mazaheri, D. Mari, Z. R. Hesabi, R. Schaller & G. Fantozzi "Multi-walled carbon nanotube/nanostructured zirconia composites: Outstanding mechanical properties in a wide range of temperature." *Composites Science and Technology*, 71(7), (2011), 939–945. doi:10.1016/j.compscitech.2011.01.017.
- [30] X. Liu, Y. C. Fan, J. L. Li, L. J. Wang & W. Jiang. "Preparation and Mechanical Properties of Graphene Nanosheet Reinforced Alumina Composites". *Advanced Engineering Materials*, 17(1), (2014), 28–35. doi:10.1002/adem.201400231.
- [31] J. Reinoso. *Introducción al método de los elementos finitos*, apuntes de la asignatura ANUM.
- [32] S. G. Psakhie, Y. Horie, G. P. Ostermeyer, S. Y. Korostelev, A. Y. Smolin, E. V. Shilko ... S. Zavšek. "Movable cellular automata method for simulating materials with mesostructure". *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 37(1-3), (2001), 311–334. doi:10.1016/s0167-8442(01)00079-9.
- [33] S. G. Psakhie, E. V. Shilko, A. Smolin, S. Astafurov, V. Ovcharenko. "Development of a formalism of movable cellular automaton method for numerical modeling of fracture of heterogeneous elastic-plastic materials". *Frattura ed Integrità Strutturale*, 24, (2013,) 26-59. doi: 10.3221/IGF-ESIS.24.04.
- [34] A. Smolin, E. V. Shilko, S. V. Astafurov, I.S. Konovalenko, S.P. Buyakova & S.G. Psakhie. "Modeling mechanical behaviors of composites with various ratios of matrix–inclusion properties using movable cellular automaton method". *Defence Technology*, 11(1), (2015), 18–34. doi:10.1016/j.dt.2014.08.005.
- [35] J. Zhai, V. Tomar, & T. Zhou. "Micromechanical Simulation of Dynamic Fracture Using the Cohesive Finite Element Method". *Journal of Engineering Materials and Technology*, 126(2), (2004), 179. doi:10.1115/1.1647127.
- [36] T. Zhou, C. Huang, H. Liu, J. Wang, B. Zou, H. Zhu. "Crack propagation simulation in microstructure of ceramic tool materials". *Computational Materials Science* 54, (2012), 150–156. doi: 10.1016/j.commatsci.2011.10.039.
- [37] T. Zhou, & M. Yi, "Microscopic cracking simulation of nanocomposite ceramic tool materials under the consideration of residual stress". *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 94(9-12), (2016), 3485–3502. doi:10.1007/s00170-016-9663-4.

[38] Y. Zhang, G. Xiao, C. Xu, T. Zhou, M. Yi & Z. Chen. "Cohesive Element Model for Fracture Behavior Analysis of Al₂O₃/Graphene Composite Ceramic Tool Material". *Crystals*, 9, 2019, 669; doi:10.3390/cryst9120669.

[39] P.R. Bueno & J.A. Varela. "Electronic ceramics based on polycrystalline SnO₂, TiO₂ and (Sn xTi_{1-x})O₂ solid solution". *Materials Research*, 9(3), (2006), 293–300. doi:10.1590/s1516-14392006000300009.

[40] V. Vera Galishnikova, P. Jan Pahl. "Constrained Construction of Planar Delaunay Triangulations without Flipping". *Structural mechanics of engineering constructions and buildings*. 14 (2), 2018, 154–174. doi: 10.22363/1815-5235-2018-14-2-154-174.

[41] Jakob Sievers (2020). VoronoiLimit (varargin). (<https://www.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/34428-voronoilimit-varargin>), MATLAB Central File Exchange. 3 de Junio de 2020.

[42] Auerkari, Pertti. "Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics". Technical Research Centre of Finland, VTT Tiedotteita - Meddelanden - Research Notes 1792, (1996). 26p. ISBN 951-38-4987-2.

[43] E. Broitman. "Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview". *Tribology Letters*, 65(1), (2016). doi:10.1007/s11249-016-0805-5.

8.-Apéndices.

8.1.-Tabla de propiedades de materiales cerámicos.

Propiedad	Al ₂ O ₃	ZrO ₂ **	SiC	B ₄ C	SiO ₂ ***
Dureza Vickers (50g) (kg/mm ²)*	1820±170	1250	2800±430	330±130	617±85
Módulo de tracción (MPa)	245±49	200	390	-----	69±1
Módulo de compresión (MPa)	2520±530	1760±180	2720±610	2310±380	>48
Módulo elástico (GPa)	373±26	178±21	413±22	420±42	53±19
K _{IC} (MPa·m ^{1/2})	4,7±0,8	3±2	3,9±0,8	3,5±0,5	1,1±0,3

Tabla 1.- Valores de propiedades mecánicas de cerámicas avanzadas y óxido de silicio.[10]

*50g hace referencia a la intensidad de la fuerza aplicada y el kgf/mm² es una unidad de presión utilizado ampliamente en el mundo ingenieril, siendo definida como la fuerza que ejerce el campo gravitatorio sobre 1 kg partido el área de un cuadrado de lado 1 mm.

**Circona estabilizada por completo con itria.

*** En este caso se trata de una cerámica no avanzada, para comparar.

1kgf/mm2 es equivalente a 9,80665 MPa [8]

8.2.- Código de MATLAB.

```
clear;
clc;

x = rand(1000,1);
y = rand(1000,1);
figure (1)

[vx,vy]=voronoi(x,y);
hold on
plot(x,y,'r.',vx,vy,'b-')
xlim([0 1])
ylim([0 1])

title('Diagrama de Voronoi para puntos aleatorios [Gauss]')
xlabel('Coordenada normalizada') ; ylabel ('Coordenada normalizad')

[V,C,XY]=VoronoiLimit(x,y);
%% Cálculo de áreas.

%Se ha de sacar todos los vértices y acumularlos;

Area = zeros(1,1000);

for i = 1:1000;
    k = polyarea(V(C{i,1},1),V(C{i,1},2));
    Area(i) = k;
end

NI = 100;
int = (max(Area) - min(Area))/NI; %Se define el intervalo a coger.

vector = min(Area):int:max(Area);
count = zeros(1,100);

for j = 1:1000;
    l = 1:100;
    if Area(j) > vector(l) & Area (j) < vector(l+1);
        count(l) = count(l)+1;
    else
        for h = l+1:100;
            if Area(j) > vector(h) & Area (j) < vector(h+1);
                count(h) = count(h)+1;
            end
        end
    end
end

figure (4)
plot(V(C{77,1},1),V(C{77,1},2),'r');

%Cogemos 100 componentes del vector de los intervalos.
vectork = zeros(1,100);
for u = 1:100;
    vectork(u) = vector(u);
```

```

end

%Hemos de quitar los ceros del vector de conteo y los intervalos que no
%participan. POR ESTO NO HAY 100 INTERVALOS.

kount = [];
kvectork = [];
for i = 1:length(count);
    if count(i) ~= 0;
        kount = [kount,count(i)];
        kvectork = [kvectork,vectork(i)];
    end
end

figure(5)
plot(kvectork,kount,'rx');
grid on
title('Representación de n° de granos frente al área');
xlabel('Intervalos de área') ; ylabel('N° de granos');
axis([0 vectork(100)+int 0 max(count)+1])

```

8.3.- Código de Python para ABAQUS.

```

# -*- coding: mbcs -*-
from part import *
from material import *
from section import *
from assembly import *
from step import *
from interaction import *
from load import *
from mesh import *
from optimization import *
from job import *
from sketch import *
from visualization import *
from connectorBehavior import *
mdb.models['Model-1'].Part(dimensionality=THREE_D, name='Voronoi1', type=
    DEFORMABLE_BODY)
mdb.models['Model-1'].parts['Voronoi1'].WirePolyLine(meshable=ON,points=(

```

-Aquí irían las coordenadas de los mil granos siguiendo la siguiente estructura-

```
((0.412609564 ,0.473725051,0 ), (0.414969825 ,0.478824109 ,0))  
,  
((0.412609564 ,0.473725051,0 ), (0.414969825 ,0.478824109 ,0))  
,  
...  
)
```

Las coordenadas de estos granos se adjuntarán en un determinado script de Python.