



## Análisis fractográfico de fibras de circonita y de zafiro mediante microscopía óptica confocal

J. M. LÓPEZ-CEPERO, J. J. QUISPE CANCAPA, J. MARTÍNEZ FERNÁNDEZ, A. R. DE ARELLANO LÓPEZ

Departamento de Física de la Materia Condensada, Universidad de Sevilla

Apdo. 1065, 41080, Sevilla

La fractografía en materiales resulta de gran utilidad para la caracterización de los mecanismos que dominan la rotura. En el presente artículo se investigan las aplicaciones fractográficas de la microscopía óptica confocal o LSCM (Laser Scanning Confocal Microscopy). Dicha técnica es de amplio uso en Biología y disciplinas afines, pero su empleo en Ciencia de Materiales está poco explorado. Sin embargo, resulta ideal para el estudio fractográfico, ya que permite obtener reconstrucciones del perfil tridimensional de la superficie de fractura. De este perfil tridimensional puede extraerse información —la rugosidad de la superficie, por ejemplo— muy difícil de obtener a partir de otro tipo de estudios. En este trabajo se aplica LSCM a la caracterización de superficies de fractura en fibras cerámicas sometidas a tracción y se pone de manifiesto el interés de la técnica, debido a características tales como la preparación sencilla de muestras, la obtención de información tridimensional real y la buena coordinación SEM-LSCM.

*Palabras clave:* LSCM, confocal, fractografía, fibra, cerámica

### Fractographical analysis of zirconia and sapphire fibers by laser scanning confocal microscopy

Fractography is a very useful tool to learn about the mechanisms controlling the fracture process. In this work, the fractographical uses of laser scanning confocal microscopy (LSCM) are shown. LSCM is a widely used technique in Biology and similar disciplines, but its use in Materials Science is not yet as explored. However, it is an ideal technique for fractographical studies, since by using it the three-dimensional profile of the fracture surface can be obtained. From this profile, it is possible to extract information, like the roughness of the fracture surface, which would be very difficult to obtain from other studies. In this paper, LSCM is applied to the study of the fracture surface in ceramic fibers submitted to tensile stress, making the interest of the technique evident due to features such as easy sample preparation, gathering of real 3D information, and good SEM-LSCM synergy.

*Keywords:* LSCM, confocal, fractography, fiber, ceramic

### 1. INTRODUCCIÓN

El estudio de las superficies de fractura en materiales resulta de gran interés para la caracterización de los mecanismos que gobiernan la aparición y evolución de dicha fractura (1). Resulta habitual que una primera inspección para la realización de estos estudios emplee fundamentalmente técnicas basadas en la microscopía electrónica de barrido (SEM), que permite observar con excelente resolución las superficies de fractura y efectuar microanálisis in-situ. No obstante, el estudio fractográfico por SEM tiene también una serie de inconvenientes, entre los que cabe destacar la laboriosa preparación de muestras y la falta de información tridimensional sobre la superficie. Este último punto limita especialmente el ámbito de los estudios de SEM, ya que la gran profundidad de campo del instrumento hace muy difícil apreciar la topografía de la superficie de fractura.

Recientemente se han venido empleando técnicas de microscopía de fuerzas atómicas (AFM) (2) y perfilometría láser (3) para obtener información cuantitativa de las superficies de fractura. La primera de estas técnicas posee una excelente resolución (1 nm) pero sólo es viable para rugosidades pequeñas, entre 2 y 8 micras. Adicionalmente las áreas de inspección suelen ser pequeñas (algunas micras cuadradas) dado que la velocidad de barrido resulta ser lenta. La segunda es una técnica sin contacto y posee peor resolución de

profundidad (100 nm) y lateral (500 nm) pero resulta mucho más rápida en la inspección de grandes superficies (decenas de centímetros cuadrados). Ninguna de las dos técnicas posee potencial de inspección previa de la superficie a estudiar.

Desde los años 1990 ha venido cobrando interés una técnica de microscopía óptica, usualmente denominada microscopía óptica confocal o LSCM (Laser Scanning Confocal Microscopy) (4), que se basa en una construcción óptica que permite seleccionar luz procedente únicamente de un plano focal muy restringido. Dicha técnica es de amplio uso en Biología, Farmacia, Medicina y disciplinas afines, ya que elimina el problema de la escasa profundidad de campo de los microscopios ópticos. Por ejemplo, en una muestra de tejido gruesa —con varias capas celulares— es posible seleccionar la capa celular de interés, así como, tomando imágenes a intervalos regulares de altura, reconstruir en tres dimensiones la estructura del tejido.

Aunque es conocido el potencial de la microscopía confocal en Ciencia de Materiales, e incluso existen equipos comerciales de inspección de superficies que se basan en esta técnica, hay en la literatura un número limitado de estudios en los que se investiguen las aplicaciones de LSCM en materiales (5-8). La LSCM es una poderosa herramienta para estudiar las superficies de fractura debido a que permite obtener

información tridimensional cuantitativa, con una resolución —del orden de 500 nm— que resulta adecuada para un rango amplio de estudios de fractografía. Además, la adquisición de datos es rápida y la preparación de muestras necesaria es muy sencilla.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las muestras empleadas en este trabajo son fibras cerámicas de zafiro ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) y circona ( $\text{ZrO}_2$  dopada con  $\text{Er}_2\text{O}_3$ ), sometidas a tracción en condiciones de alta temperatura (1400 °C) hasta lograr su rotura en modo I. Los ensayos de rotura, así como una exhaustiva caracterización fractográfica en SEM de la superficie de las fibras, se realizaron en el marco de la preparación de una tesis doctoral sobre el tema y han dado lugar a varias publicaciones (9-11). Para la observación de las muestras se empleó un microscopio confocal Leica TCS-SP2, disponible en el Servicio de Microscopía Electrónica de la Universidad de Sevilla, capaz de trabajar tanto en modo de fluorescencia como de reflexión. La adquisición y procesado de los datos se efectuó mediante el software Leica-Confocal disponible junto con el microscopio; se contaba además con el paquete opcional de Ciencia de Materiales, que permite calcular reconstrucciones topográficas de superficies y obtener los perfiles deseados dentro del mismo entorno de trabajo.

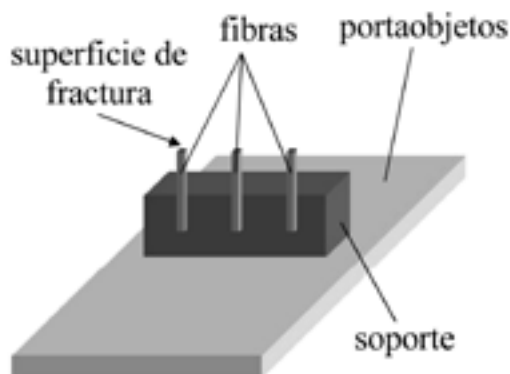


Fig. 1.- Detalle del montaje de las fibras sobre el portaobjetos para permitir su observación en el microscopio confocal.

La preparación de muestras de Ciencia de Materiales para LSCM —y en particular de aquellas procedentes de estudios SEM— es habitualmente trivial. En este caso, bastó con trasladar las fibras a un portaobjetos del tipo comúnmente empleado en Biología para poderlas observar directamente. Las fibras se fijaron mediante cinta de carbón adhesiva a una pieza de vidrio con forma de prisma cuadrado, de aproximadamente 2 mm de lado y 1 cm de longitud; al fijar la pieza al portaobjetos, el eje de las fibras queda perpendicular a éste último (figura 1). La mayor precaución a tener en cuenta es que, por el diseño del aparato, las muestras no deben tener una altura excesiva, por lo que hay que cuidar que las fibras no sobresalgan demasiado del borde del prisma.

El proceso de caracterización de una fibra tipo comienza situándola en el portamuestras del microscopio y enfocándola mediante el modo convencional del mismo. A continuación, se pasa al modo confocal, tomándose un conjunto de imágenes

de la superficie en las que se varía la altura de adquisición a intervalos regulares. Se trabaja en reflexión, escogiendo como iluminación de trabajo la de menor longitud de onda disponible en el aparato (láser azul de argón, 488 nm) para que la resolución obtenida sea la más alta posible. De entre los objetivos de que dispone el aparato, se ha encontrado que el más idóneo por sus prestaciones es el de 20x en aire. El número de imágenes a adquirir depende del tipo particular de material a estudiar; normalmente se adquieren del orden de la centena de imágenes, a la resolución estándar de 512x512 píxeles, con 12 bits de profundidad de color —este detalle es importante para la obtención de un mapa topográfico con buena resolución— y con un intervalo de altura de 600 a 700 nm para las vistas generales y de 300 a 400 nm para los detalles.

De la serie de imágenes adquiridas se obtiene el mapa topográfico de la superficie. Para resumir a grandes rasgos este proceso, partimos de que cada píxel de una imagen está asociado a un punto sobre la superficie de la muestra. Cuando la altura de la imagen capturada es muy diferente de la altura de la superficie en ese punto, no se recoge luz procedente de ese punto y se obtiene oscuridad en la imagen, mientras que al acercarse a la verdadera altura de la superficie la luminosidad obtenida va en aumento. Centrando la atención en un único píxel de la imagen, si hacemos un barrido en alturas —tal que la altura del punto correspondiente al píxel quede dentro del rango barrido—, inicialmente obtenemos oscuridad (altura de la imagen capturada lejos de la altura del punto), después la luminosidad del píxel irá aumentando hasta llegar a un máximo (altura de la imagen capturada igual a la altura del punto) y luego se volverá a obtener oscuridad. Podemos hacer una media de las alturas para las cuales obtenemos luz, ponderándola de tal forma que los píxeles más luminosos sean más importantes, y tomar dicha media como una estimación de la altura del punto considerado. Repitiendo el proceso para todos los puntos de la imagen obtendremos, a partir de las múltiples imágenes, un mapa de alturas correspondiente a la topografía de la muestra. Con ese mapa se puede obtener una reconstrucción 3D de la superficie de la fibra, así como los perfiles que se deseen (figura 2).

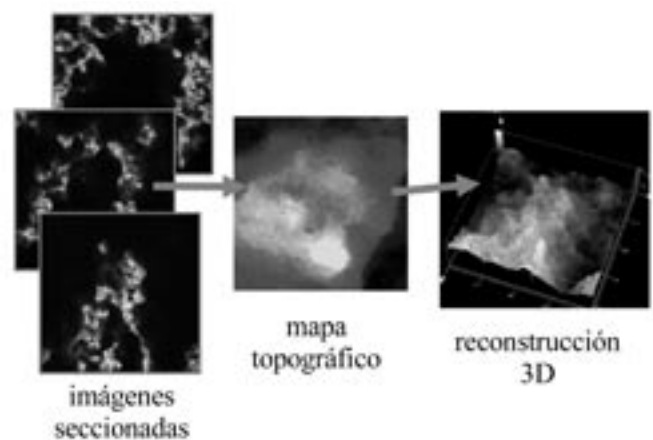


Fig. 2.- Esquema del proceso de reconstrucción topográfica. Se adquieren una serie de imágenes procedentes de la muestra, correspondientes a alturas equiespaciadas del plano focal, y se calcula un mapa topográfico, a partir del cual se obtienen la vista 3D de la superficie y los perfiles que se deseen.

### 3. RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

El objetivo del presente artículo es dar una idea de las posibilidades que ofrece la microscopía óptica confocal como herramienta de trabajo en fractografía. Por lo tanto, los resultados presentados, aunque de interés en sí mismos, deben entenderse como una muestra de la potencia de la técnica y no como un estudio fractográfico exhaustivo de las características de las fibras observadas, estudio que se deja para artículos posteriores (12,13). Con esta motivación, se comentan a continuación los resultados obtenidos en el estudio de algunos casos típicos de fibra.

#### 3.1. Fibras de circona

El trabajo con una fibra de circona comienza con la adquisición de una vista global de la misma. Un ejemplo típico es la figura 3, construida a partir de 113 imágenes con un paso de 0.49 micras entre cada una de ellas. A partir de dicha vista global, se localiza el defecto desde el que se origina la fractura (3I), así como aquellas zonas que presentan mayor interés, y se obtienen una serie de vistas detalladas (figuras 4 y 5), con mayor aumento y menor intervalo entre alturas. En la figura 4 se observan dos detalles (marcados en la figura 3a como I y II, respectivamente) de la fibra, construidos en ambos casos a partir de 144 imágenes, con 0.28 micras de paso para I y 0.21 micras de paso para II. En la figura 5 se aprecia la zona marcada como III en la figura 3a, de nuevo con 0.49 micras de paso pero en esta ocasión con 133 imágenes, lo que permite reconstruir el profundo valle existente en la fibra. Junto a la vista superior (5a), a una vista en perspectiva (5b) y al mapa topográfico (5c), se adjuntan tres perfiles correspondientes a características topográficas de interés (5d, 5e, 5f).

aproximadamente radial alrededor del defecto y que apuntan a éste. Los surcos se aprecian con claridad en LSCM, haciendo sencilla la localización del defecto que da origen a la fractura, que en este caso se encuentra en la zona marcada como I en la figura 3. En las figuras 4a y 4b se puede ver esta zona a mayor aumento, resultando evidente la citada estructura de surcos. Puede observarse también que la distribución de los surcos es distinta en la zona inmediata al defecto —donde es radial— y en las zonas ligeramente más alejadas, apareciendo una transición a otra estructura donde los valles son aproximadamente paralelos entre sí. Este tipo de morfología se mantiene de forma estable en la mayor parte de la superficie de fractura, de tal forma que la mayoría de los valles tienen una orientación similar a la del diámetro que pasa por el defecto. Salvando las zonas más alejadas del defecto, estos valles —de profundidad del orden de la micra— son la característica topográfica más importante. Por lo demás, la superficie de fractura es relativamente lisa, ya que no aparecen desniveles bruscos.

Conforme centramos nuestra atención en zonas más alejadas del defecto comienzan a aparecer fenómenos asociados a que la energía por unidad de longitud de grieta disponible para la propagación de la fractura es menor. En las fibras de circona, esto se manifiesta fundamentalmente en dos comportamientos típicos: en primer lugar, aparecen zonas donde los valles se hacen más profundos y abruptos; y, en segundo lugar, en la zona directamente opuesta al defecto se suele romper la uniformidad de la superficie, observándose grandes desniveles. La fibra estudiada presenta ambas características. El detalle marcado en la figura 3 como II, que se puede ver a mayor aumento en las figuras 4c y 4d, es un ejemplo de la aparición de surcos más profundos que los habituales en el resto de la superficie de fractura. Por su

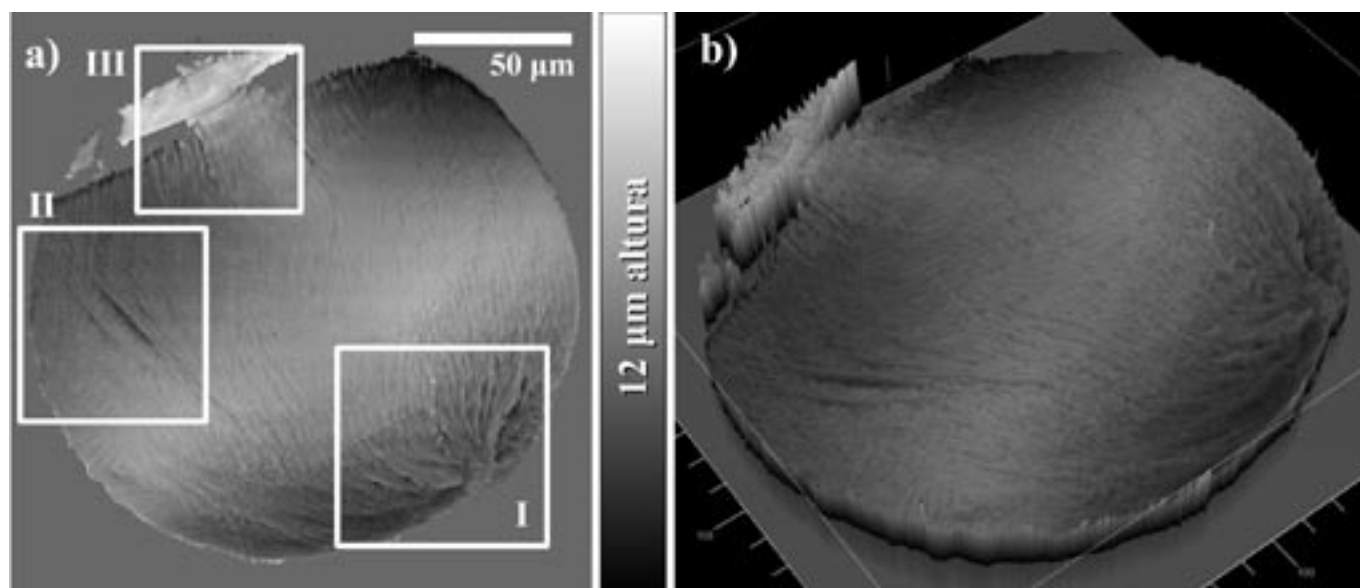


Fig. 3.- Vista general de la superficie de fractura de una fibra de circona típica. a): mapa topográfico; las zonas recuadradas corresponden a los detalles de las figuras 4 (I, II) y 5 (III). b): Reconstrucción tridimensional elaborada a partir del mapa topográfico.

En este tipo de fibras, la fractura se origina siempre a partir de un defecto del material, usualmente localizado en la superficie del mismo. En su propagación, la grieta imprime en la superficie de fractura una estructura muy característica, formando surcos que se distribuyen de forma

parte, el detalle marcado como III en la figura 3, que puede verse ampliado en la figura 5, corresponde a los desniveles que aparecen en la zona opuesta al defecto. En las fibras estudiadas, los surcos de tipo II se localizan en la zona intermedia entre el defecto y la falla de tipo III.

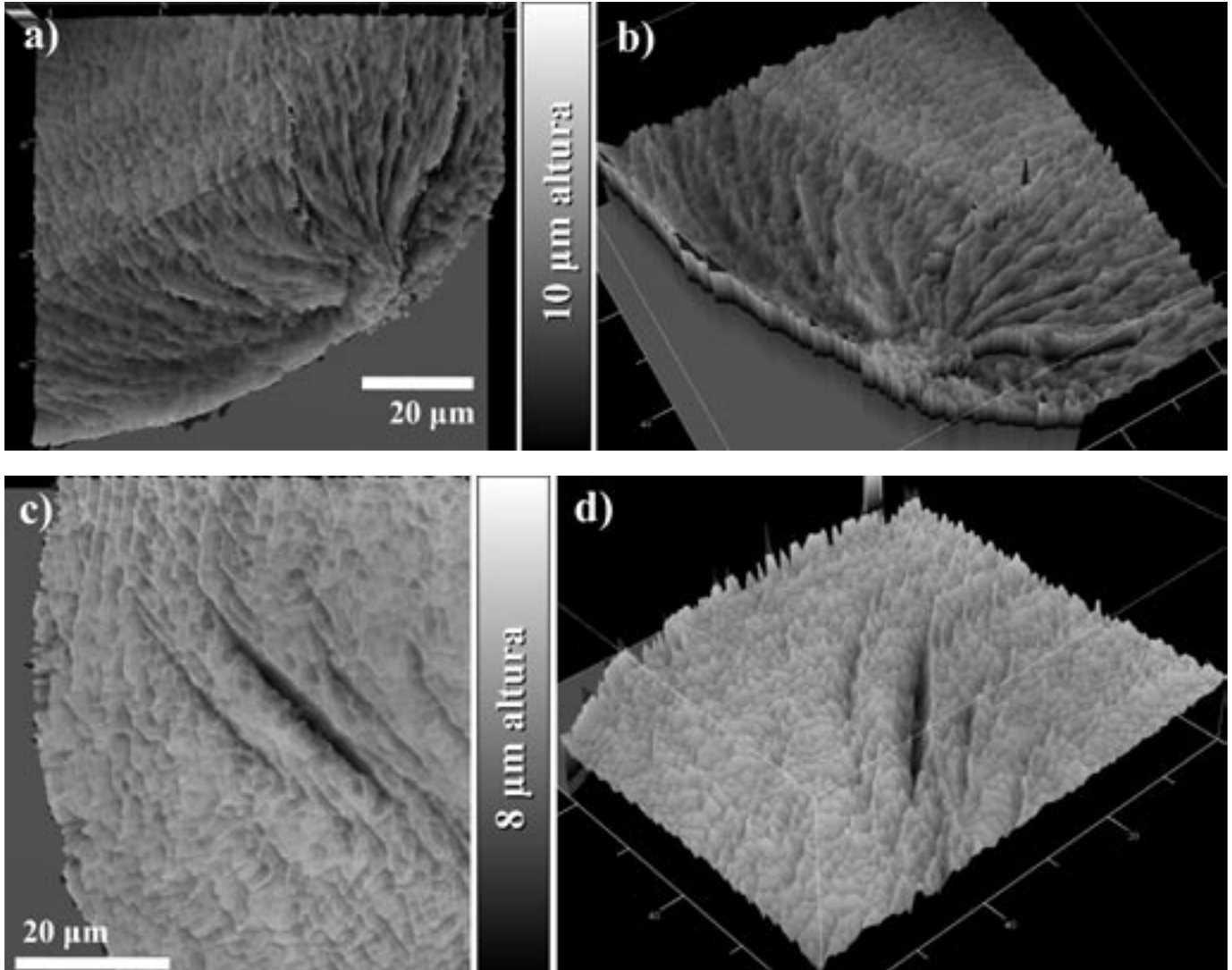


Fig. 4.- a), b): Vista superior y en relieve, respectivamente, del detalle de la figura 3I (entorno del defecto), c), d): Id. para el detalle 3II (zona intermedia).

Partiendo de la interpretación de la topografía en función de la energía de propagación de la grieta, puede aventurarse que al inicio del proceso la energía de propagación disponible es alta, por lo que la grieta se propaga según el plano cristalino perpendicular al eje de la fibra. Esto se debe a que la tensión se aplica en la dirección del eje de la fibra, por lo que este plano observa el mayor factor de intensidad de tensiones. Conforme la grieta se propaga por la fibra, su superficie aumenta, con lo que la densidad de energía de propagación disponible disminuye y se hace necesario recurrir a planos cristalinicos cuya dirección ya no es perpendicular a la carga, pero que requieren de menor energía para separarse. En la zona intermedia, el defecto de energía de propagación puede compensarse mediante una desviación local del plano de propagación de la grieta; esto da lugar a la aparición de accidentes topográficos localizados de tipo II, mientras que el resto de la grieta sigue avanzando en un plano perpendicular a la carga. Cuando la energía de propagación cae por debajo de un cierto valor crítico, esta solución ya no es factible, por lo que la grieta se desvía en buena parte por planos cristalinicos en los que su propagación resulta más sencilla, dando lugar a estructuras del tipo III.

Para completar el estudio de la fibra, se procedió a extraer tres perfiles de la zona III, que pueden observarse en las figuras 5d, 5e y 5f. El perfil 5d corresponde a un valle de tipo II localizado en las cercanías de la falla; como puede apreciarse, su profundidad típica es de aproximadamente dos micras, mientras que los surcos del resto de la superficie de fractura tienen habitualmente profundidades del orden de la micra. Estos valles de tipo II son comunes en la zona, lo que es coherente con la explicación anteriormente dada para el mecanismo de propagación de la grieta; si el origen de la falla de tipo III es la falta de energía de propagación, lo lógico es que aparezca cuando el mecanismo de tipo II no sea suficiente para compensar dicha carencia de energía, por lo que al alejarnos del defecto debemos esperar una aparición cada vez mayor de valles II antes de llegar a la falla III. Los perfiles 5e y 5f dan una idea de la ruptura de la uniformidad de la superficie en las cercanías de la falla; el perfil 5e —que corresponde a la zona de la falla donde el cambio de altura es menos importante— muestra la existencia de una acusada rugosidad, y en el perfil 5f se observa una estructura de bandas cercana a la falla, mucho más profunda e irregular que la habitual en el resto de la superficie de fractura.

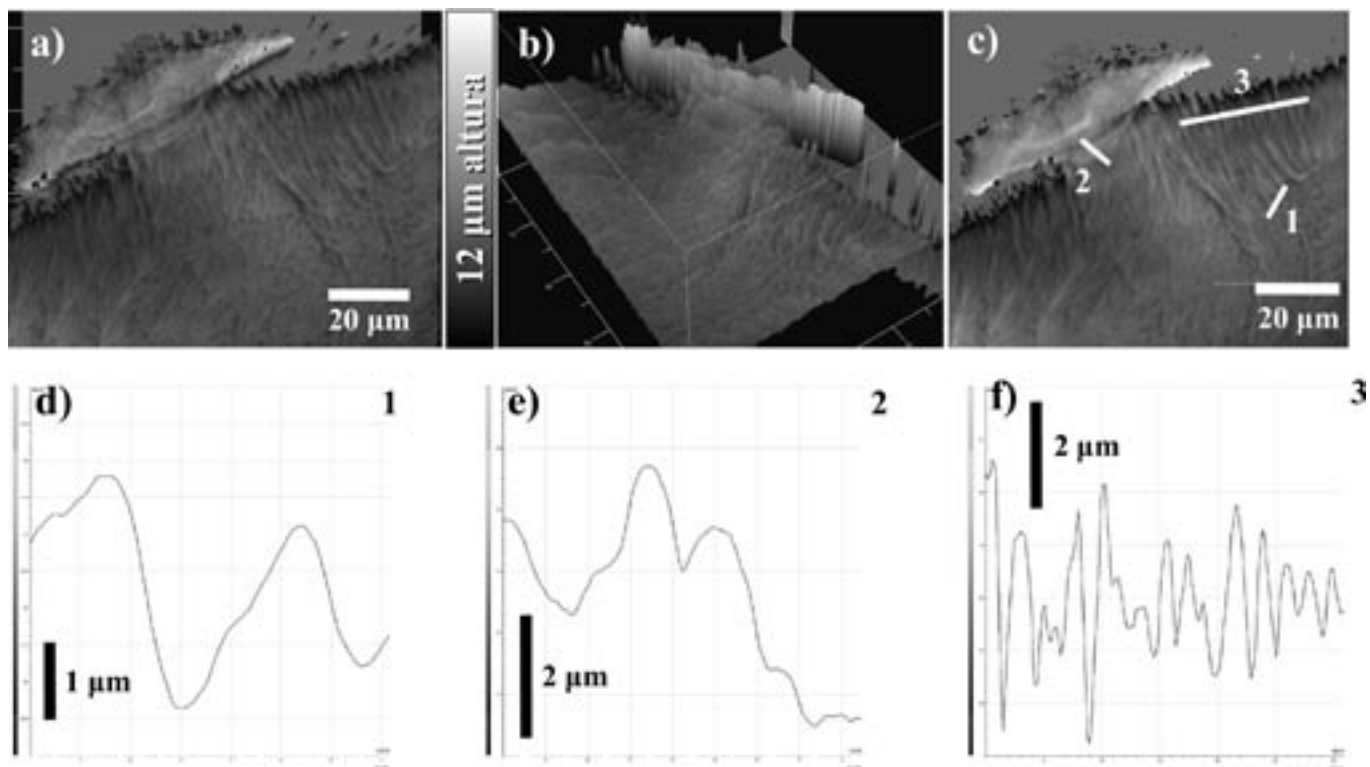


Fig. 5.- Detalle de la figura 3III (zona opuesta al defecto), a): Vista superior. b): Vista en perspectiva. c): Mapa topográfico. d), e), f): Perfiles correspondientes a las marcas en c).

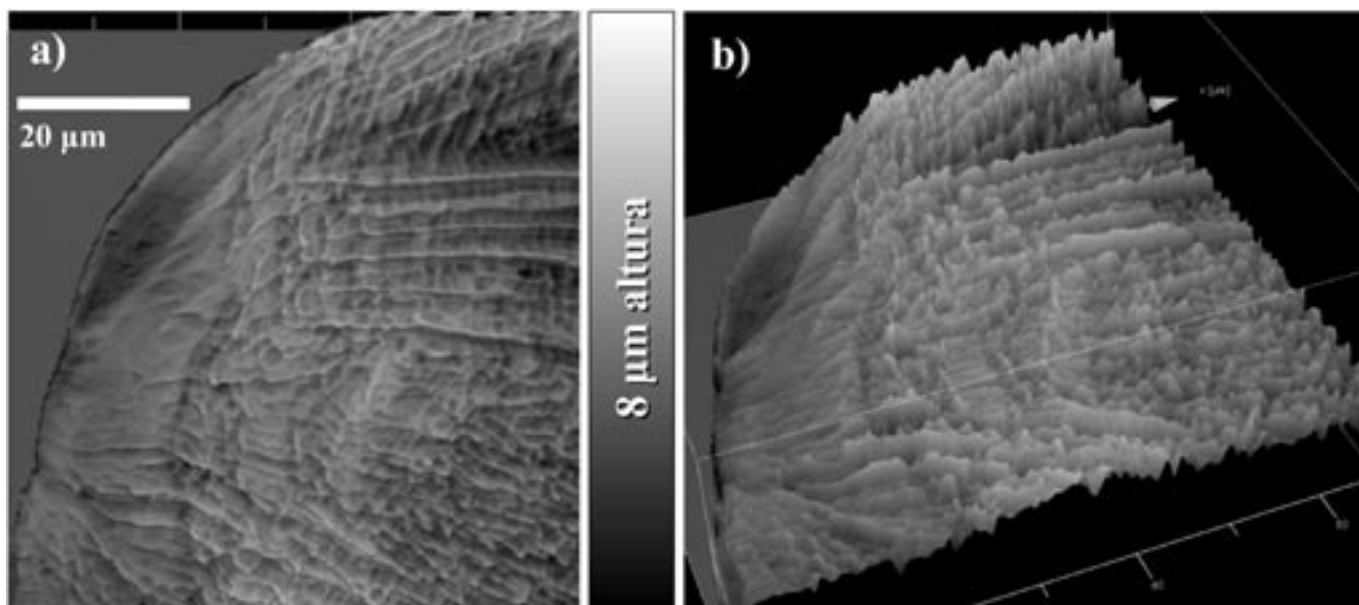


Fig. 6.- Detalle de la zona cercana al defecto de una fibra de circona en la que aparece una estructura de valles característica, a): Vista superior. b) Vista en perspectiva.

El estudio de la circona que se presenta en este trabajo se completa con la figura 6, en la que se aprecia la zona próxima al defecto de una fibra (reconstrucción topográfica a partir de 125 imágenes, 0.25 micras de paso) donde se manifiesta con claridad otra característica típica de las superficies de fractura en las fibras de circona. Cuando la estructura de valles paralelos de la zona intermedia de la superficie de fractura es lo suficientemente uniforme, suele aparecer superpuesta una

segunda estructura de valles perpendicular a la anterior, lo que da lugar a la aparición de huecos con una forma que recuerda a un mallado cuadrado. Esta estructura, probablemente un producto de la peculiar microestructura de precipitados que presenta el sistema  $ZrO_2-Er_2O_3$ , puede correlacionarse con la intersección de bandas de Lüders durante la deformación plástica de este sistema (9,14).

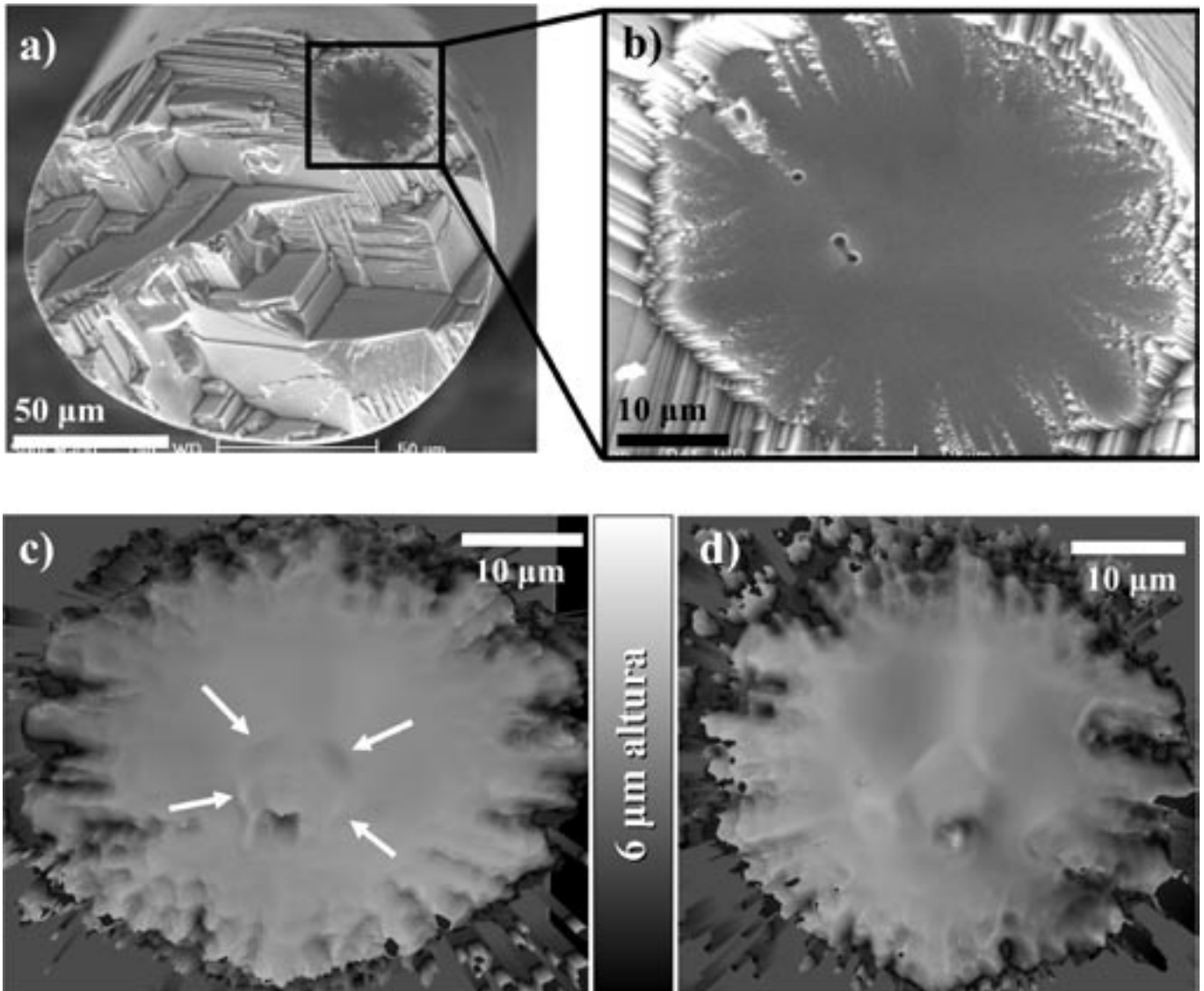


Fig. 7.- Estudio de una fibra de zafiro típica. a) Vista global de la fibra en SEM. b) Detalle en SEM de la zona de crecimiento subcrítico y mirror. c): Vista en LSCM de a). Se señala con flechas el límite de la zona subcrítica. d): Vista en LSCM de la superficie de fractura correspondiente al otro fragmento de la fibra. Se observa que es complementaria con c).

### 3.2. Fibras de zafiro

Para ilustrar el estudio de las fibras de zafiro se escogió un caso típico, del que se disponía de estudios SEM previos (figuras 7a y 7b), efectuados por uno de los autores en el microscopio de barrido Philips XL-30 disponible en el Servicio de Microscopía de la Universidad de Sevilla. Es obvio que la morfología de la superficie de fractura en el zafiro es muy distinta a la de la circona; daremos a continuación unos breves apuntes sobre la misma, remitiendo al lector interesado a la abundante literatura existente sobre el tema (15,16). Se admite que la grieta nace de un defecto —en este caso, los dos puntos oscuros contiguos que se observan hacia el centro de la figura 7b— y que, en primer lugar, crece lentamente bajo el efecto de la tensión hasta llegar a un cierto límite crítico en el que la fibra se rompe de forma catastrófica. Por debajo de este límite el proceso se conoce como crecimiento subcrítico, mientras que por encima de él hay una zona —la llamada mirror— por donde la grieta se propaga de forma perpendicular a la tensión. Al igual que con la circona, la energía de propagación de la grieta va disminuyendo hasta el punto en el que se ve

forzada a desviarse por planos cristalinicos más sencillos. Dicho punto marca el final de la zona mirror, dando lugar a unas notorias estructuras (branching) que ocupan la mayor parte de la superficie de fractura.

El relieve de la superficie de fractura es aparentemente muy abrupto, siendo únicamente lisas las zonas de crecimiento subcrítico de grietas y mirror (figuras 7a [recuadro], 7b). Bajo LSCM se comprueba que el branching (figura 7a [fuera del recuadro]) es de relieve muy irregular y presenta abundantes zonas en sombra, por lo que no puede ser observado de forma provechosa. Por este motivo, nos centramos únicamente en la parte que corresponde al entorno del defecto hasta el límite de la zona mirror, que es muy reflectante y sí puede observarse en modo confocal.

La figura 7c, obtenida a partir de 143 imágenes LSCM con un paso de 0.28 micras, corresponde a la misma zona que la imagen SEM 7b. El defecto se aprecia con claridad como un hueco aproximadamente rectangular cercano al centro, y se aprecia también una estructura que rodea una parte de la zona contigua al defecto. Dicha estructura, marcada con flechas, es precisamente el límite entre la zona de crecimiento subcrítico

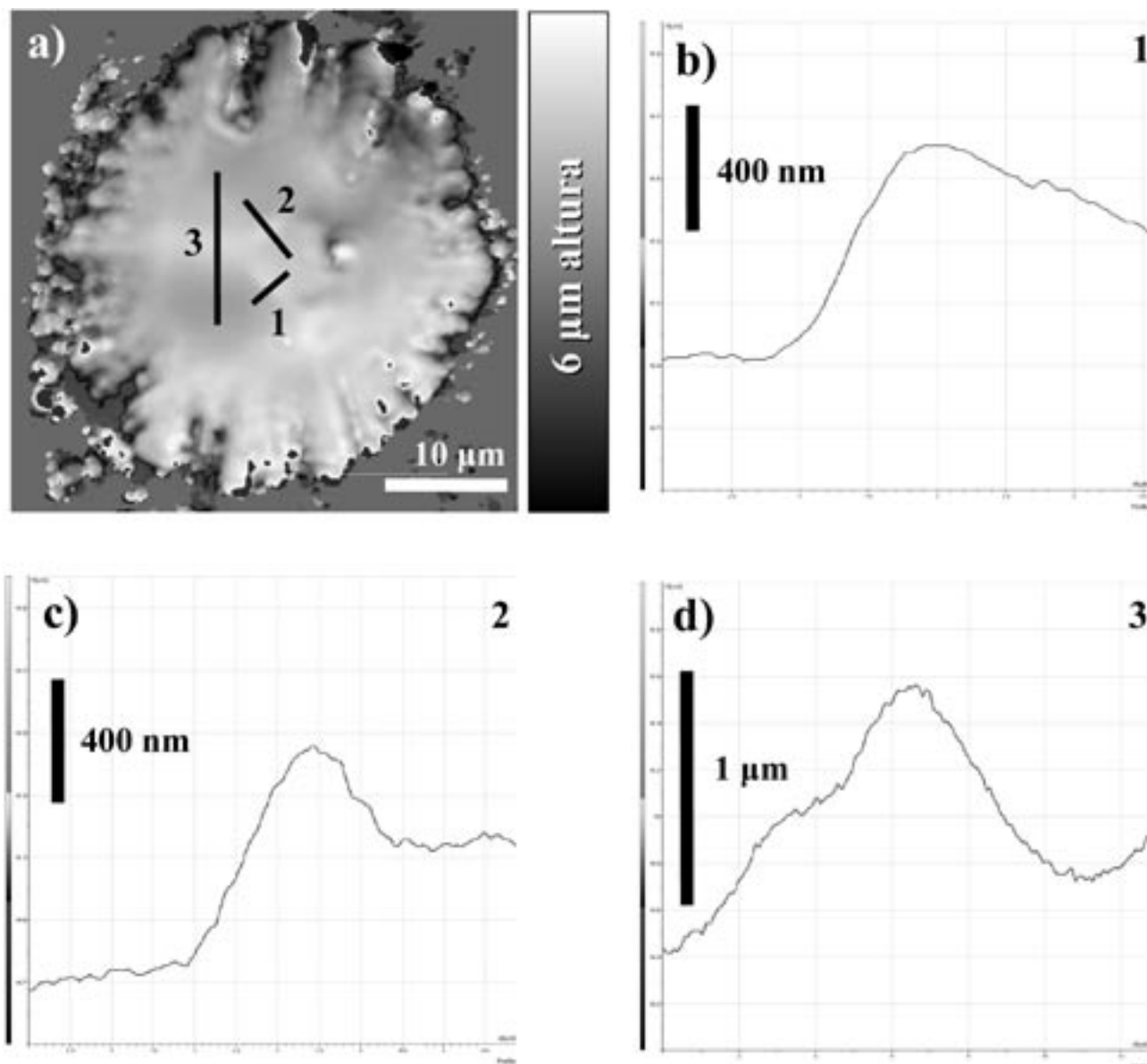


Fig. 8.- Detalle de la fibra 7d. a): Mapa topográfico b), c), d): Perfiles representativos.

y la zona mirror. Habitualmente, para la identificación de la zona subcrítica se emplean imágenes SEM, en las que el límite se manifiesta de forma muy tenue o, como en este caso, resulta prácticamente invisible; pero empleando LSCM es posible apreciarlo con gran claridad, lo que da ventaja al microscopio confocal sobre el SEM, ya que la determinación del límite de crecimiento subcrítico es de gran interés para los estudios fractográficos (17).

Como es lógico, cuando las fibras se rompen debido a la tensión quedan dos fragmentos. Normalmente el estudio fractográfico de la superficie se restringe a uno de estos fragmentos, pero otro resultado particularmente interesante se obtiene si exploramos el otro mediante LSCM. En la figura 7d se encuentra el mapa topográfico de la segunda superficie de fractura, obtenido a partir de 133 imágenes con 0.28 micras de paso entre ellas. Como puede apreciarse, las figuras 7c y 7d son prácticamente la reflexión especular una de otra, con la salvedad de que en una hay valles donde en la otra hay elevaciones y viceversa. Es decir, ambas superficies son muy aproximadamente complementarias. Este hecho se observa para prácticamente toda la zona capturada, pero es sobre

todo evidente en la cercanía del defecto y en el límite de crecimiento subcrítico.

Finalmente, también se adjuntan algunos perfiles tomados a partir de la segunda superficie de fractura (figura 7d). Dichos perfiles, que pueden verse en la figura 8, tienen dos cometidos fundamentales. Por un lado, los perfiles 8b y 8c persiguen mostrar el relieve característico del límite entre zona subcrítica y mirror, poniendo de manifiesto que está caracterizado por ondulaciones con una altura típica que en este caso es de unos 600 nm; por otro lado, el perfil 8d muestra la existencia de desniveles apreciables —del orden de la micra— en la zona mirror. Ambos resultados, aunque deben ser tomados como preliminares, tienen interesantes implicaciones desde el punto de vista de los modelos de crecimiento subcrítico de grietas, ya que comúnmente se acepta en la literatura que no existe un relieve de importancia en las zonas mirror y subcrítica. Además de señalar la conveniencia de profundizar en estos estudios, este hecho viene a ser una muestra más de la utilidad de la microscopía óptica confocal para el estudio fractográfico.

#### 4. CONCLUSIONES

Se presentó en el trabajo la técnica de microscopía óptica confocal (LSCM) en su aplicación a los estudios fractográficos. Se detallaron los montajes y ajustes empleados en la observación de superficies de fractura en fibras cerámicas. Se identificaron, a través de casos típicos, las características fractográficas observadas mediante LSCM, y se puso de manifiesto la utilidad e interés de la técnica.

#### AGRADECIMIENTOS

Este trabajo se ha realizado con la financiación del Proyecto MCYT MAT2003-06085-C03-03. Durante su realización, D. J. M. López-Cepero ha contado con una Beca de Introducción a la Investigación del CSIC. Los autores desean hacer constar su agradecimiento al Dr. A. Sayir (NASA Glenn Research Center) por la fabricación de las fibras de  $ZrO_2$ - $Er_2O_3$ .

#### BIBLIOGRAFÍA

1. J. B. Watchman. "Fractography", pp. 263-270 en *Mechanical Properties of Ceramics*. Wiley, USA, 1996
2. B. Bhushan. "Micro/Nanotribology", pp. 575-623 en *Introduction to Tribology*. Wiley, USA, 2002
3. A. E. Ennos, M. S. Virdee. "Precision measurement of surface form by laser profilometry". *Wear* 109 [1-4] (1986) 275-286
4. T. Corle, G. Kino. "Instruments", pp. 68-83, en *Confocal Scanning Optical Microscopy and Related Imaging Systems*, Academic Press, USA, 1996
5. J. T. Fredrich. "3D Imaging of porous media using laser scanning confocal microscopy". *Phys. Chem. Earth A24* [7] (1999) 551-561.
6. D. J. Draeger, E. D. Case. "Engineering the surface texture and shape of channels in ceramic substrates". *Mater. Sci Eng. B97* (2003) 94-105.
7. D. Raabe, M. Sachtleber, H. Weiland, G. Scheele, Z. Zhao. "Grain-scale micromechanics of polycrystal surfaces during plastic straining". *Acta Materialia* 51 (2003) 1539-1560.
8. J. D. Bhawalkar, J. Swaitkiewicz, P. N. Prasad, S. J. Pan, A. Shih, J. K. Samarabandu, P. C. Cheng, B. A. Reinhardt. "Nondestructive evaluation of polymeric paints and coatings using two-photon laser scanning confocal microscopy". *Polymer* 38 [17] (1997) 4551-4555.
9. J.J. Quispe-Cancapa, A. R. de Arellano-López, A. Sayir. "Room- and High-Temperature Tensile Fracture of Directionally Solidified Chromia-Doped Sapphire Fibers". *Ceram. Eng. Sci. Proc.* 24 [4] (2003) 135-142
10. J. J. Quispe Cancapa, A. R. Pinto Gómez, J. Martínez Fernández. "High temperature plastic behavior of 5 m%  $Er_2O_3$  doped  $ZrO_2$  fibers and bulk crystals". *Ceram. Eng. Sci. Proc.* 23 [4] (2002) 673-678
11. J. J. Quispe Cancapa. Tesis Doctoral. Universidad de Sevilla, Diciembre de 2003.
12. J. Y. Pastor, J. Llorca, P. Poza, A. Sayir, J. J. Quispe-Cancapa, J. Martínez-Fernández, A.R. de Arellano-López. "Subcritical crack growth in  $ZrO_2(Er_2O_3)$  fibers". Enviado a *Acta Materialia*
13. J.J. Quispe-Cancapa, A.R. de Arellano-López, J. Martínez-Fernández, A. Sayir. "Tensile Strength of Directionally Solidified Chromia-Doped Sapphire". Aceptado en *Journal of the European Ceramic Society*
14. M. Yashima. "Stable and metastable phase relationships in the system  $Er_2O_3$ - $ZrO_2$ ", *J. Am. Ceram. Soc.* 74 [3] (1991) 510-513
15. S. M. Wiederhorn. "Fracture of sapphire". *J. Am. Ceram. Soc.* 52 [2] (1969) 485-491
16. S. A. Newcomb, R. E. Tressler. "Slow crack growth in sapphire fibers at 800 to 1500°C". *J. Am. Ceram. Soc.* 76 [10] (1993) 2505-2512
17. J. B. Watchman. "Subcritical crack propagation", pp. 117-140 en *Mechanical Properties of Ceramics*. Wiley, USA, 1996

Recibido: 21.05.04

Aceptado: 24.02.05