

# DETERMINACIÓN DE LA TENACIDAD A FRACTURA EN CERÁMICAS MEDIANTE INDENTACIÓN VICKERS

|                          |  |
|--------------------------|--|
| <b>Apellidos, nombre</b> | Borrell Tomás, Amparo<br>Benavente Martínez, Rut |
| <b>Departamento</b>      | Ingeniería Mecánica y de Materiales              |
| <b>Centro</b>            | Universitat Politècnica de València              |

## Resumen

---

En este artículo docente te mostramos una metodología para poder determinar la tenacidad a fractura,  $K_{IC}$ , de materiales cerámicos. En ocasiones, determinar la  $K_{IC}$  en este tipo de materiales frágiles es complicado y laborioso, por ello, vamos a presentarte un método basado en la indentación Vickers combinado con la metodología desarrollada por Koichi Niihara [1].

Este artículo puede resultar de interés para estudiantes de ingeniería tanto de Grado como de Máster. Del mismo modo, este documento resultará de interés a investigadores área de las cerámicas avanzadas.

## Objetivos

---

Los objetivos de este artículo se centran en:

- Comprender la dificultad de determinar la tenacidad a fractura en materiales cerámicos.
- Conocer el método de medida de tenacidad a fractura mediante indentación Vickers.
- Distinguir los dos perfiles de huellas frágiles.
- Analizar la tenacidad a fractura de una cerámica mediante los dos modelos de Niihara.

## Introducción

---

Los materiales cerámicos estructurales presentan una serie de propiedades mecánicas, químicas y térmicas que los hacen idóneos para aplicaciones específicas donde no pueden ser sustituidos por otra familia de materiales. Entre estas propiedades se puede destacar su estabilidad térmica y química, su resistividad eléctrica, su dureza, su rigidez...Sin embargo, poseen una fragilidad que los limita para muchas aplicaciones. Esta fragilidad se determina mediante la tenacidad a fractura,  $K_{IC}$ , que podría definirse de una manera sencilla, como la resistencia que opone un material a que un defecto (normalmente una grieta) se propague por él.

Existen varios ensayos estandarizados para determinar la tenacidad a fractura en materiales frágiles, como son los ensayos de indentación, el ensayo de doble torsión o los ensayos de flexión. De todos ellos, los ensayos de indentación y los ensayos de flexión, son

los más utilizados debido a su simplicidad y el bajo coste en la preparación de las muestras. Sin embargo, también tienen ciertas limitaciones y desventajas que es importante considerar.

En el caso del ensayo de indentación, aunque es relativamente sencillo de realizar, puede haber una variabilidad en los resultados debido a factores como la geometría del indentador, la fuerza aplicada y la precisión de la medición de la huella. Además, las deformaciones plásticas locales inducidas por la indentación pueden alterar las propiedades locales del material, lo que puede afectar la reproducibilidad de los resultados obtenidos.

Por otro lado, en el ensayo de flexión, aunque es una técnica muy utilizada, también puede presentar problemas relacionados con la distribución no uniforme de tensiones y deformaciones a lo largo de la probeta, especialmente en materiales heterogéneos o con microestructuras complejas. Además, las zonas plásticas localizadas pueden influir en la propagación de la grieta y, por lo tanto, en la medición de la tenacidad a la fractura.

Para abordar estas limitaciones, es importante considerar cuidadosamente la selección del método de ensayo y optimizar los procedimientos experimentales para minimizar las fuentes de error. Además, en algunos casos, puede ser necesario combinar diferentes técnicas o utilizar métodos avanzados de análisis para obtener una evaluación más precisa de la tenacidad a la fractura del material en cuestión.

A continuación, vamos a desarrollar una metodología para llevar a cabo la determinación de la tenacidad a fractura en cerámicas empleando ensayos de indentación Vickers, y analizarlos mediante el método propuesto por Niihara.

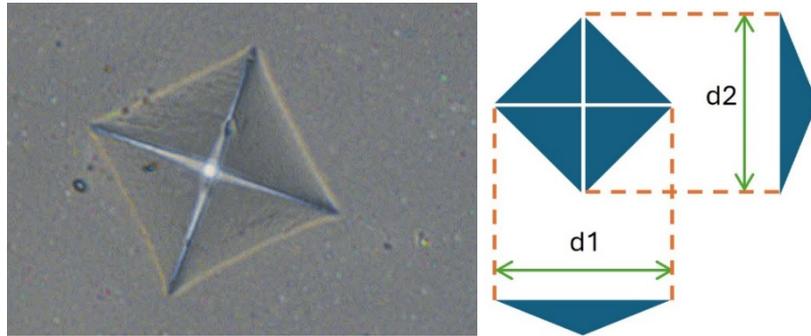
## **Indentación Vickers**

---

Un método que se utiliza frecuentemente para determinar la tenacidad a la fractura en materiales frágiles es el llamado ensayo de tenacidad a fractura por indentación Vickers [2].

Tanto para la determinación de la tenacidad a la fractura mediante esta técnica de indentación como para la medición de la dureza Vickers se requiere una superficie de muestra de alta calidad, ya que la preparación superficial afecta a los valores de dureza y tenacidad. Por lo tanto, es importante preparar adecuadamente la superficie de la muestra mediante desbaste y pulido.

El ensayo consiste en indentar la muestra con una carga específica con un indentador piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo de 136° entre caras. La huella dejada en el material se puede apreciar en la Figura 1.



**Figura 1.** Huella Vickers. Esquema de las diagonales.

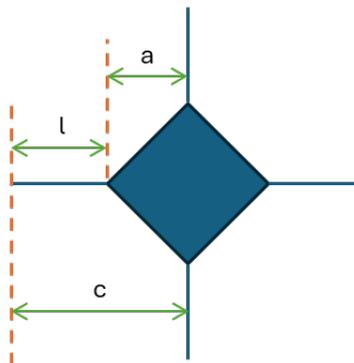
A partir de una huella Vickers puede calcularse la dureza, HV, aplicando la siguiente fórmula:

$$HV = 1.8 \left( \frac{F}{d^2} \right) \quad (1)$$

Donde  $F$  es la fuerza aplicada en  $N$  y  $d$  es la media de las diagonales en  $m$ .

### **Cálculo de la tenacidad a fractura, $K_{IC}$**

Para determinar la  $K_{IC}$  es necesario medir la longitud total de las grietas que se generan en los cuatro vértices de la indentación (Figura 2). La longitud de las grietas es inversamente proporcional a la tenacidad del material. Midiendo su longitud se puede determinar la tenacidad a la fractura  $K_{IC}$ .



**Figura 2.** Parámetros de la huella Vickers.

### Procedimiento de indentación Vickers

El procedimiento incluye:

- Preparación de la superficie: La muestra debe tener una superficie pulida para asegurar la precisión del ensayo.
- Aplicación de la carga: Se aplica una carga determinada (comúnmente entre 1 y 500 N) durante un tiempo específico (normalmente 10 a 15 segundos).
- Medición de la huella: Después de retirar la carga, se mide los distintos parámetros de la impresión dejada por el penetrador utilizando un microscopio óptico.

Es necesario hacer un mínimo de 10 indentaciones para que los valores sean representativos de la muestra. Cada indentación debe estar separada de la anterior, al menos, 5 veces la huella dejada, para que el material no se vea afectado por la indentación anterior.

Como ventajas de la técnica se pueden destacar:

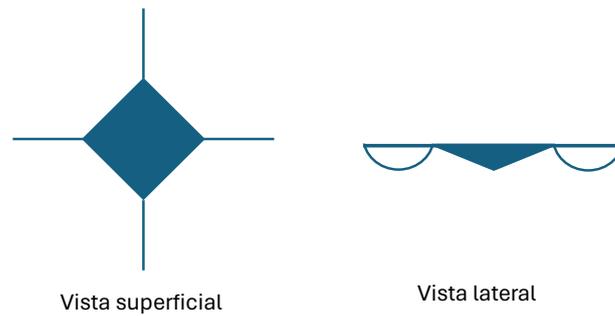
- No se requieren grandes volúmenes de material, pequeñas muestras pueden ser caracterizadas así.
- La preparación de la muestra es sencilla.
- Es un método económico.
- El procedimiento experimental es sencillo.

### Cálculo de $K_{IC}$ por Niihara

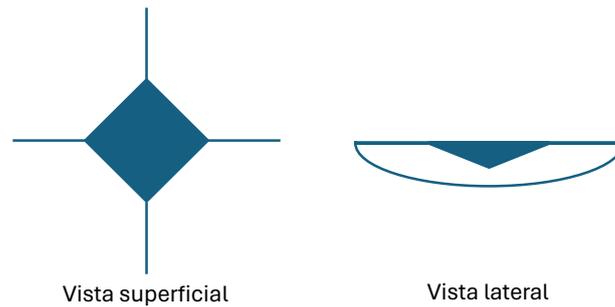
Hoy en día existen más de 30 ecuaciones diferentes para determinar la tenacidad a fractura por el método de indentación [3]. Los científicos han estado utilizando numerosas ecuaciones, lo que ha resultado en datos diferentes para un mismo material y condiciones de prueba. Por lo tanto, es necesario identificar el perfil de la grieta y seleccionar una ecuación (modelo) apropiada para obtener valores precisos de tenacidad a la fractura.

De manera genérica, las grietas se engloban en uno de estos perfiles:

- Grietas Palmqvist: Estas grietas se propagan debajo de la superficie de cada una de las grietas generadas.
- Grietas medias-radiales: Estas grietas se propagan debajo de la superficie en el plano central de la huella, dando continuidad a las grietas radiales enfrentadas dos a dos. Son grietas semicirculares.



**Figura 3.** Perfil de grietas Palmqvist.



**Figura 4.** Perfil de grietas medias-radiales.

En función del perfil de las grietas generadas, Niihara ha desarrollado dos modelos diferentes [4]. En el caso de que las grietas sigan el perfil de Palmqvist, es decir, se cumple que  $0.25 < l/a < 2.5$ , se emplea la ecuación (1):

$$K_{IC} = 8.9 \cdot \left(\frac{E}{HV}\right)^{2/5} \cdot \frac{F}{a \cdot l^{1/2}} \quad (2)$$

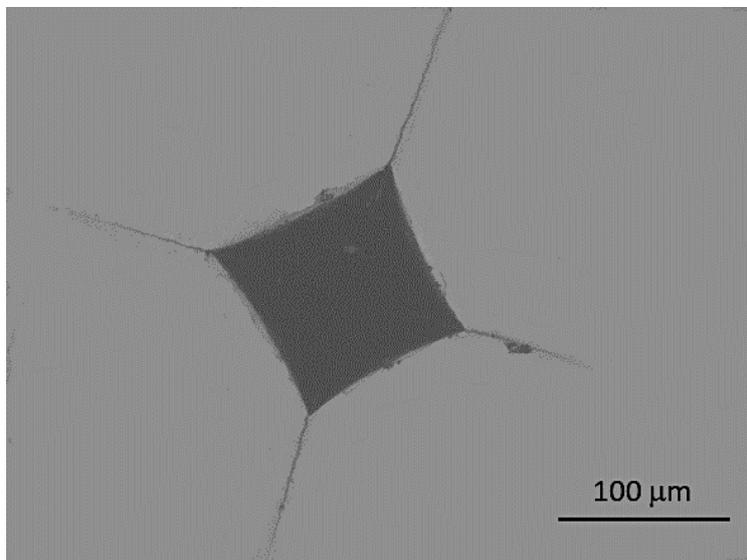
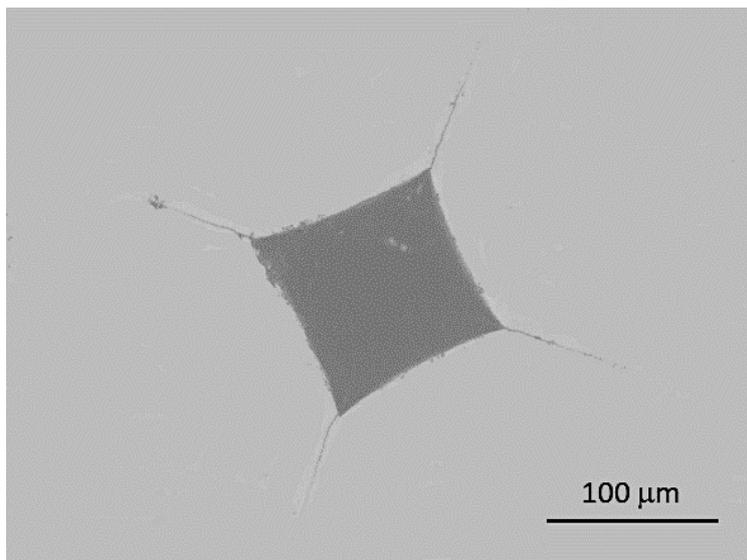
En el caso de las grietas sigan el perfil radial, se emplea la ecuación (2):

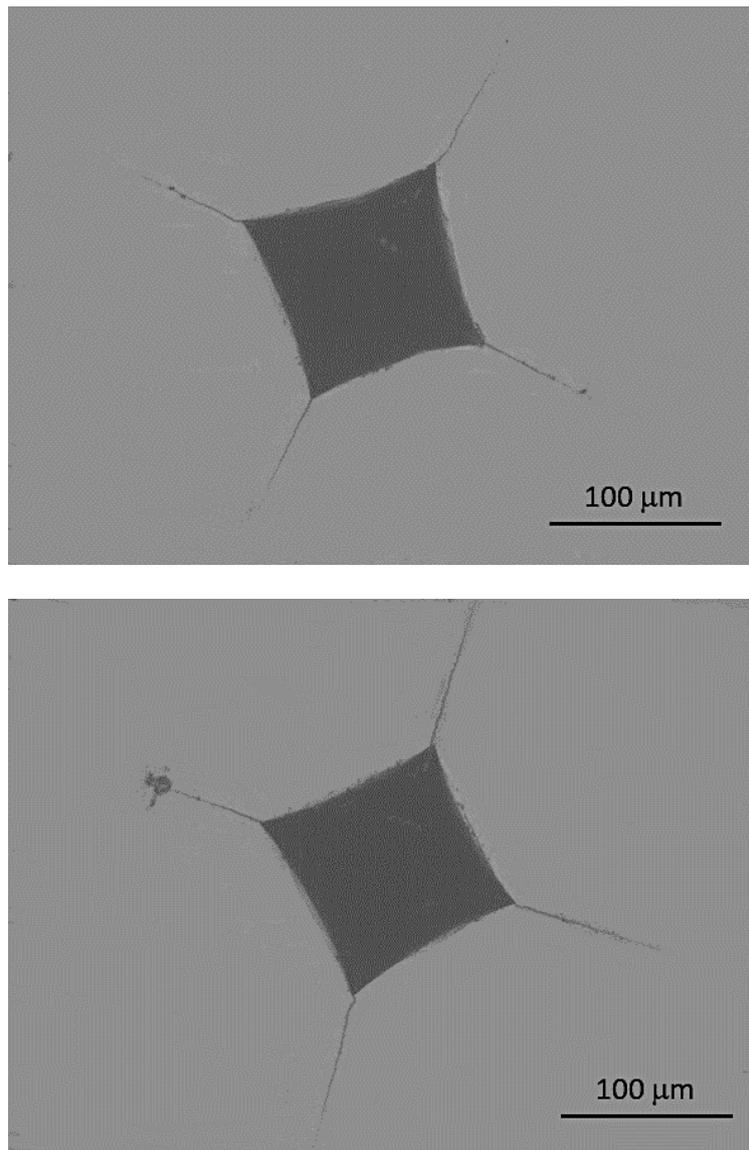
$$K_{IC} = 0.0309 \cdot 10^{-6} \cdot \frac{F}{c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{HV}\right)^{2/5} \quad (3)$$

Donde: **F** es la carga aplicada durante la prueba Vickers en *N*; **c** es la longitud de la grieta desde el centro de la indentación hasta la punta de la grieta en *m*; **a** es la mitad de la diagonal de grietas en *m*; **l** es la longitud de la grieta (*c-a*) medida desde los vértices de la indentación hasta la punta de la grieta en *m*; **E** es el módulo de Young en *GPa* y **HV** es la dureza Vickers en *GPa*. Las unidades de **K<sub>IC</sub>** son *MPa·m<sup>1/2</sup>*.

## Tarea

Vamos a poner a prueba la teoría... Hemos realizado 4 indentaciones a un mismo material para poder determinar la dureza y la tenacidad a fractura, en la Figura 5 se muestran las huellas realizadas. Calcula la dureza y tenacidad del material. Datos: la fuerza aplicada,  $F$ , en el ensayo fue de 150 N, y el módulo de Young del material,  $E$ , es de 180 GPa.





**Figura 5.** Huellas Vickers para medir dureza y tenacidad.

Para ello sigue el siguiente proceso:

1. Las imágenes tienen una regla incluida, basándote en esa medida, mide las diagonales,  $d$ , y utiliza la ecuación (1) para determinar la dureza de cada una de ellas. Haz la media de la dureza con los valores obtenidos.
2. Mide las grietas generadas en cada uno de los vértices de las huellas,  $l$ , y emplea las ecuaciones (2) y (3) para calcular las tenacidades. Haz la media de la tenacidad empleando la ecuación (2) y la ecuación (3).

¿Necesitas una ayuda? Vamos a resolverlo.

1. Cogemos una regla y medimos las diagonales de cada huella. Tenemos que transformar esa medida en la medida real, utilizando la escala. Si imprimas las páginas de las huellas, verás que la escala mide 2.2 cm, es decir, 2.2 cm equivalen a 100 micras en la imagen. En la tabla 1 puedes ver los resultados.

**Tabla 1.** Medidas de las diagonales.

|          | Diagonal 1 ( $\mu\text{m}$ ) | Diagonal 2 ( $\mu\text{m}$ ) | Media diagonales ( $\mu\text{m}$ ) |
|----------|------------------------------|------------------------------|------------------------------------|
| Huella 1 | 159.0                        | 154.5                        | 156.8                              |
| Huella 2 | 159.0                        | 159.0                        | 159.0                              |
| Huella 3 | 159.0                        | 154.5                        | 156.8                              |
| Huella 4 | 159.0                        | 154.5                        | 156.8                              |

¿Te has fijado en las huellas son prácticamente simétricas? Sus dos diagonales son iguales.

Ahora vamos a aplicar la ecuación (1) para calcular la dureza. Los resultados están en la tabla 2.

**Tabla 2.** Medidas de las durezas Vickers.

|    | Huella 1 | Huella 2 | Huella 3 | Huella 4 |
|----|----------|----------|----------|----------|
| HV | 10.8     | 10.5     | 10.8     | 10.8     |

Ahora calculamos la media y desviación de los valores obtenidos. Eso nos da un valor de dureza para este material de  $10.7 \pm 0.2$  HV.

2. Nos toca calcular las tenacidades, para ello, tenemos que medir las grietas transformando el valor con la regla, igual que hemos hecho con las durezas (tabla 3).

**Tabla 3.** Medidas de las grietas.

|          | $L_1$ ( $\mu\text{m}$ ) | $L_2$ ( $\mu\text{m}$ ) | $L_3$ ( $\mu\text{m}$ ) | $L_4$ ( $\mu\text{m}$ ) | Media grietas ( $\mu\text{m}$ ) |
|----------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|---------------------------------|
| Huella 1 | 86.36                   | 63.64                   | 72.73                   | 54.55                   | 69.3                            |
| Huella 2 | 84.8                    | 90.9                    | 100.0                   | 72.7                    | 87.1                            |
| Huella 3 | 68.2                    | 68.2                    | 72.7                    | 63.0                    | 68.0                            |
| Huella 4 | 68.2                    | 86.4                    | 95.5                    | 72.7                    | 80.7                            |

Como no podemos saber si las grietas son de tipo medias-radiales o Palmqvist, vamos a calcular la tenacidad suponiendo ambos casos. Para ello utilizaremos las ecuaciones (2) y (3).

|                                  | Huella 1 | Huella 2 | Huella 3 | Huella 4 |
|----------------------------------|----------|----------|----------|----------|
| $K_{IC} (2) (MPa \cdot m^{1/2})$ | 6.2      | 5.5      | 6.3      | 5.7      |
| $K_{IC} (3) (MPa \cdot m^{1/2})$ | 7.8      | 6.6      | 7.9      | 7.0      |

Ahora calculamos la media y desviación de los valores obtenidos. Eso nos da un valor de  $K_{IC}$  para este material de  $5.9 \pm 0.4 MPa \cdot m^{1/2}$  si las grietas son medias-radiales, y de  $7.3 \pm 0.6 MPa \cdot m^{1/2}$  si son tipo Palmqvist.

## Conclusiones

---

En este artículo hemos visto la secuencia de pasos a seguir para poder determinar la tenacidad a fractura en materiales cerámicos mediante el método de indentación Vickers. Con este método y los modelos desarrollados por Niihara para los dos tipos de perfiles de grietas más comunes, podemos calcular la tenacidad a fractura de materiales cerámicos. Además, se ha propuesto una tarea con la que poder calcular la  $K_{IC}$  de una cerámica a partir de imágenes de huellas Vickers.

## Bibliografía

---

- [1] K. Niihara, R. Morena, D.P.H. Hasselman. Evaluation of  $K_{IC}$  of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios., J. Mater. Sci. Lett. vol. 1, 13, 1982.
- [2] D. Coric, L. Curkovic, M. Renjo. Statistical analysis of Vickers indentation fracture toughness of Y\_TZP ceramics. Transactions of Famena, vol. 1, 2017.
- [3] B. Sikder, S. Mukherjee, A. Chanda. Role of crack profile in the calculation of indentation fracture toughness for highly brittle ceramics. Materials Today: Proceedings, vol. 4, 2017.
- [4] Y. Feng, T. Zhang. Determination of fracture toughness of brittle materials by indentation. Acta Mechanica Solida Sinica, vol. 28, 2015.