

## EVALUACION DE LAS TECNICAS DE INDENTACION PARA LA DETERMINACION DE LA TENACIDAD A LA FRACTURA DE CERAMICAS DE HIDROXIAPATITA

O. Bermúdez<sup>1</sup>, J.A. Planell<sup>1</sup>, A. Ravaglioli<sup>1</sup>, S. Guiciardi<sup>1</sup>,  
A. Krajewski<sup>2</sup>, R. Martinetti<sup>1</sup> y F.C.M. Driessens<sup>1</sup>

1. Depto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad Politécnica de Cataluña, E.T.S.I.I.B., Avda. Diagonal 647, 08028-Barcelona
2. Istituto di Ricerche Tecnologiche per la Ceramica - CNR, Faenza, Italia

**RESUMEN.** El método de indentación Vickers para la determinación de la tenacidad a la fractura de materiales cerámicos es muy simple y no requiere complicados procedimientos de preparación de las muestras. El presente trabajo revisa los valores que se obtienen al aplicar diferentes expresiones existentes en la literatura para diferentes tipos de grietas a cerámicos de fosfatos de calcio (hidroxiapatita) y los compara con los resultados obtenidos por ensayos SENB. Se demuestra que la mejor coincidencia es lograda por una ecuación desarrollada por Liang, Orange y Fantozzi, que es independiente de la carga aplicada y del tipo de grietas producidas.

**ABSTRACT.** The fracture toughness determination by means of the Vickers indentation method in ceramic materials is very simple and does not require extensive sample preparation. The present work reviews the results obtained by applying different equations existing in the literature for different types of cracks to calcium phosphate (hydroxyapatite) ceramics, and compares them with those obtained from the SENB test. It has been shown that the best agreement is achieved by an equation due to Liang, Orange and Fantozzi, which is independent of the load applied and the type of cracks produced.

## 1. INTRODUCCION

La tenacidad a la fractura es uno de los factores más relevantes a tener en cuenta en la aplicación de cerámicas para la sustitución de tejidos duros en el organismo humano. Incluso en el caso de las cerámicas bioactivas, porosas o densas, basadas en fosfatos de calcio, de las que se espera una colonización progresiva por parte del hueso vivo, se hace necesario asegurar una adecuada funcionalidad mecánica inicial. Por estas razones la evaluación de la tenacidad a la fractura se convierte en un requisito ineludible [1].

En el caso de las cerámicas de hidroxiapatita normalmente se puede disponer de suficiente material para elaborar probetas con las dimensiones requeridas por los ensayos convencionales (SENB, CVNB, DCB) y aparte de la dificultad para preparar probetas aceptables, dichos ensayos pueden realizarse con relativa facilidad. Las técnicas de indentación, sin

embargo, son las indicadas para estimar la evolución local o superficial de la tenacidad a fractura del material, como cuando ha habido interacción con el medio (una solución simuladora de fluidos biológicos, por ejemplo). Así mismo, probetas provenientes de estudios in vivo difícilmente cumplirían los requisitos para los ensayos convencionales, siendo indicados también en este caso los ensayos de indentación.

En principio los métodos de indentación requieren la medida de la longitud de las grietas que emanan de los vértices de la huella dejada por el indentador. Una vez medidos los parámetros de la indentación, es decir, la diagonal de la huella de la indentación, la longitud de las grietas y la carga aplicada, se puede utilizar una de las expresiones disponibles que han sido desarrolladas por diferentes autores para calcular la tenacidad a fractura [2].

Sin embargo, hay condiciones específicas y limitaciones para el uso de estas fórmulas debido a que algunas de ellas están relacionadas con el tratamiento de los datos sobre la base de grietas del tipo median-radial y las de otros sobre la base de grietas de Palmqvist; además, algunas de éstas están restringidas a ciertos materiales. Lógicamente aparecen dificultades cuando las grietas producidas no siguen ninguno de los patrones simples mencionados, como es el caso de las cerámicas de hidroxiapatita estudiadas en el presente trabajo.

El objetivo del presente trabajo, que hace parte de uno más extenso acerca de las propiedades mecánicas de los biocerámicos a base de fosfatos de calcio, es evaluar la aplicabilidad de un conjunto de fórmulas representativas (ver Tabla 1) para el cálculo de la tenacidad a fractura de hidroxiapatita sinterizada a dos diferentes temperaturas, teniendo como criterio de aplicabilidad el que dichas fórmulas reproduzcan los valores de tenacidad a fractura obtenidos por métodos convencionales.

Tabla 1. Fórmulas seleccionadas para el cálculo de la tenacidad a fractura de las cerámicas estudiados en el presente trabajo.

Nº	Ecuación	Ref.
1	$0.016 (E/H)^{0.5} (P/C^{1.5})$	[3]
2	$0.055 (H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} \log(8.4a/C)$	[4]
3	$0.142 (H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} (C/a)^{-1.55}$	[5]
4	$0.01 (E/H)^{2/3} (P/C^{1.5})$	[6]
5	$0.015 (E/H)^{2/3} [(C-a)/a]^{-0.5} (P/C^{1.5})$	[7]
6	$(H_v a^{0.5} / \phi) (E\phi / H_v)^{0.4} (C/a)^{(C/18a)-1.51} \times 1/14 [1 - 8[(4\nu-0.5)/(1+\nu)]]^4$	[8]

## 2. MATERIALES Y METODO

Por medio de la técnica de injection-moulding se prepararon barras de hidroxiapatita cuyas características se relacionan en la Tabla 2. Los valores de referencia de la tenacidad a fractura se obtuvieron por flexión en cuatro puntos de barras entalladas (SENB) mediante una máquina universal de ensayos electromecánica.

Fragmentos resultantes de estos ensayos se encastaron en resina y se pulieron por medio de pasta de diamante y sílica hasta un acabado de tres micras. Se hicieron indentaciones Vickers por medio de un microdurómetro con cargas de 10, 25, 50, 100, 300, 500 y 1000 gramos durante 15 segundos, y un durómetro con cargas de 5 y 10 kg por tiempos de 10 a 15 segundos. Las diagonales de la huella Vickers y las grietas producidas se midieron, bien directamente a través de las facilidades ofrecidas por los equipos empleados o bien por medio de un microscopio óptico calibrado.

La tenacidad a la fractura se calculó con base en las fórmulas consignadas en la Tabla 1, las

Tabla 2. Características de las barras cerámicas de hidroxiapatita utilizadas en el presente trabajo.

Temperatura de sinterización (°C)	1280	1380
Dimensiones iniciales (mm)	$a_o = 4.1$ $b_o = 4.1$ $h_o = 40.0$	$a_o = 4.1$ $b_o = 4.1$ $h_o = 40.0$
Peso inicial (gramos)	1.2	1.2
Coefficiente de acortamiento para cada dimensión (%)	a : 21 b : 21 c : 15	a : 26 b : 26 h : 20
Pérdida de peso (% del peso inicial)	30	31
Densidad (% de la densidad teórica)	85	95
E (GPa)	$60 \pm 3$	$90 \pm 7$
MOR (MPa)	$35 \pm 8$	$53 \pm 21$
$K_{Ic}$ (SENB) (MPa m <sup>1/2</sup> )	$0.52 \pm 0.06$	$0.86 \pm 0.14$
HV (Kgf/mm <sup>2</sup> ) (5 Kg por 15 seg.)	$198 \pm 9$	$440 \pm 20$

cuales merecen ahora un comentario. En ellas las cantidades  $a$  y  $c$  se deben entender con referencia a la Figura 1, que representa la huella dejada por el indentador Vickers y la intersección de las grietas que emergen de los vértices de la huella con la superficie del material.

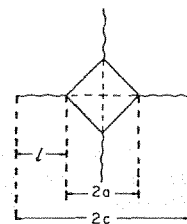


Figura 1. Geometría básica de la huella y grietas producidas por indentación

$H$  se refiere a la cantidad  $P/2a^2$ , en la que  $P$  es la carga aplicada por el indentador, y que representa la presión media ejercida por el mismo; algunos autores la definen como la dureza del material;  $\nu$  es el módulo de Poisson, que para la hidroxiapatita se asumió igual a 0.25;  $\phi$  representa el cociente entre la presión media ejercida por el indentador y el esfuerzo a cedencia del material y se tomó igual a 2.7 de acuerdo con [2].

Todas las ecuaciones se re-escribieron en términos de la dureza Vickers (HVN), por lo cual los coeficientes numéricos pueden ser un poco diferentes de los empleados originalmente por sus autores (ver Tabla 3).

Tabla 3. Fórmulas seleccionadas re-escritas para el cálculo de la tenacidad a la fractura

Nº	Ecuación	Ref.
1	$0.0154 (E/H_v)^{0.5} (P/C)^{1.5}$	[3]
2	$0.0303 (H_v a^{1.5}) (E/H_v)^{0.4} \log(8.4a/C)$	[4]
3	$0.0782 (H_v a^{0.5}) (E/H_v)^{0.4} (C/a)^{-1.56}$	[5]
4	$0.0095 (E/H_v)^{2/3} (P/C)^{1.5}$	[6]
5	$0.0143 (E/H_v)^{2/3} [(C-a)/a]^{-0.5} (P/C)^{1.5}$	[7]
6	$0.0495 (H_v a^{0.5}) (E/H_v)^{0.4} (C/a)^{(C/188)-1.51}$	[8]

El valor de dureza Vickers empleado en cada cálculo fue el obtenido para cada indentación y no el valor promedio que se cita en la Tabla 2.

El complicado sistema de grietas que se producía no permitía identificar un tipo definido de grieta (median-radial o Palmqvist) por lo cual era más lógico utilizar una ecuación que en lo posible no dependiera de la carga aplicada o del tipo de grieta producido; por ese motivo se escogió la fórmula universal (6), debida a Liang, Orange y Fantozzi [8] como fórmula básica para el cálculo de la tenacidad a fractura. Las ecuaciones (2) y (3), debidas a Blendell [4] y Lankford [5] respectivamente, corresponden a ajustes a curvas de datos experimentales para los dos tipos de grietas y por ello son presumiblemente aplicables a los dos sistemas. La ecuación (5), debida a Laugier [7] se incluyó porque ha sido utilizada en trabajos anteriores [9, 10, 11]; la (1) y la (4), debidas a Anstis et al. [3] y Laugier [4] son basadas en un modelo exclusivamente median-radial y se incluyeron por comparación.

3. RESULTADOS Y DISCUSION

Las figuras 2 y 3 muestran el aspecto de la superficie de los materiales indentados, con típicas huellas de indentación, en las que se revela desconchamiento ("chipping") severo y posible presencia de grietas laterales superficiales. En general las huellas tendían a deteriorarse rápidamente, más por propagación del desconchamiento que de las grietas emanadas de los vértices, fenómeno que probablemente puede atribuirse a la fatiga estática del material. A 10 kg fue imposible hacer mediciones en las muestras más densas por la destrucción local del material indentado; en las menos densas no se obtenían grietas a cargas pequeñas excepto para tiempos prolongados (>30 segundos).

La Tabla 4 recoge los datos de tenacidad a fractura, calculados para la muestra sinterizada a 1380°C de acuerdo con las fórmulas de la Tabla

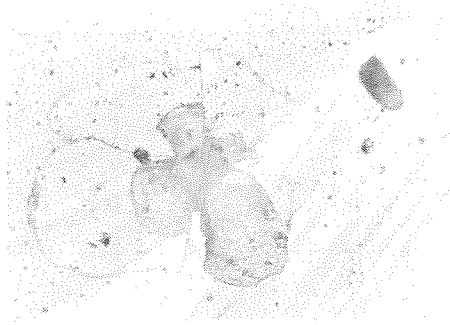


Figura 2.

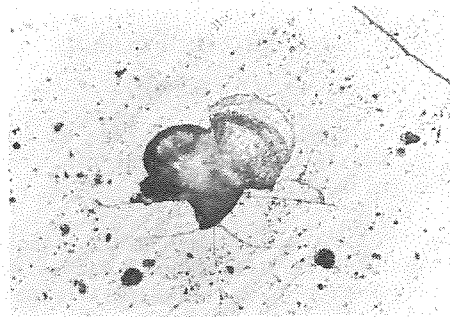


Figura 3.

Figuras 2 y 3. Huellas de indentación Vickers producidas en cerámica de hidroxiapatita sinterizada a 1380°C mostrando distintos aspectos del desconchamiento de la superficie del material.

3 mientras que la Figura 4 expone el nivel de aplicabilidad de cada una en comparación con los valores obtenidos por SENB.

Tabla 4. Valores de tenacidad a fractura calculados por técnica de indentación sobre cerámicas de hidroxiapatita sinterizadas a 1380°C.

FVP	0.05	0.1	0.2	0.3	0.5	1.0	5.0	K <sub>IC</sub>
1	0.66	0.84	0.58	0.68	0.66	0.56	0.58	0.65 (0.09)
2	0.72	0.87	0.85	0.95	1.00	0.94	1.01	0.91 (0.09)
3	1.03	1.23	0.96	1.10	1.08	0.9	0.92	1.03 (0.11)
4	0.68	0.85	0.59	0.69	0.68	0.58	0.60	0.67 (0.09)
5	1.04	1.32	0.70	0.83	0.75	0.55	0.47	0.81 (0.27)
6	0.72	0.87	0.74	0.84	0.85	0.78	0.89	0.81 (0.06)

F = Fórmula (con referencia a la Tabla 3)  
 P = Carga (en kg)  
 K<sub>IC</sub> = promedio de datos en la fila  
 (entre paréntesis la desviación estándar)

Se puede observar que para la cerámica sinterizada a 1380°C las fórmulas de Blendell [4] y Liang, Orange y Fantozzi [8] son las que, dentro del error experimental, dan valores más

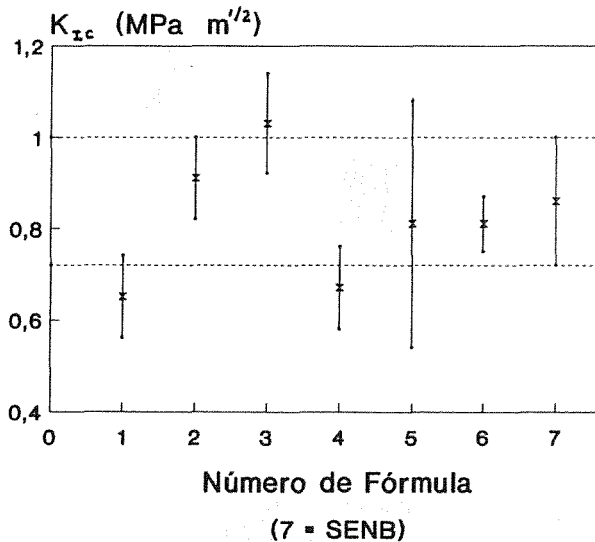


Figura 4. Comparación de los valores de tenacidad a fractura por indentación con los obtenidos por SENB.

cercanos al obtenido por SENB, aunque la ecuación de Blendell [4] tiende a dar valores en el límite superior de la franja determinada por dicha técnica. Los modelos median-radial utilizados (ecuaciones 1 y 4) no dan resultados satisfactorios, mientras que la fórmula de Laugier para grietas Palmqvist [7] da un promedio aceptable pero afectado por una gran dispersión.

Los datos para la cerámica sinterizada a 1280° se exponen en la Tabla 5. Una simple inspección permite observar el buen nivel de coincidencia de las fórmulas de Blendell [4], Lankford [5] y Liang, Orange y Fantozzi [8] con el valor obtenido por SENB. Por el contrario, las otras fórmulas no ofrecen resultados satisfactorios.

Tabla 5. Valores de la tenacidad a la fractura obtenidos por técnica de indentación sobre cerámicas de hidroxiapatita sinterizadas a 1280°C.

F \ P	1.0	5.0	10.0	$K_{1c}$
1	0.39	0.29	0.36	0.34 (0.04)
2	0.60	0.44	0.52	0.52 (0.07)
3	0.59	0.44	0.50	0.51 (0.05)
4	0.45	0.31	0.34	0.37 (0.06)
5	0.45	0.22	0.29	0.32 (0.10)
6	0.50	0.52	0.58	0.53 (0.03)

F = Fórmula (con referencia a la Tabla 3)  
P = Carga (en kg)  
 $K_{1c}$  = Promedio de datos en la fila  
(entre paréntesis la desviación estándar)

Se puede concluir que las fórmulas de Blendell [4] y Liang et al. [8] son las más adecuadas para el cálculo por indentación de la tenacidad a fractura del material objeto del presente trabajo, aunque la de Liang et al. presenta la ventaja de ser independiente de la carga aplicada y del tipo de grietas producidas. Sin embargo, la sola aplicación de las fórmulas mencionadas puede ser insuficiente para el estudio de la tenacidad a fractura del material que, como se dejó establecido antes, presenta porosidades entre el 5 y 15% y un desconchamiento acusado bajo indentación, requiriéndose entonces un estudio detallado que relacione la microestructura con las propiedades mecánicas del material.

#### AGRADECIMIENTOS

Los autores del presente trabajo desean agradecer la financiación recibida de la CICYT a través del proyecto N° MAT90-0755.

#### REFERENCIAS

- [1] Ravaglioli, A., Krajewski, A. y de Portu, G., "Problems involved in assessing mechanical behaviour of bioceramics", en *Bioceramics*, Vol. 1 (Ed. Oonishi, H., Aoki, H. y Sawai, K.) pp. 13-18, Ishiyaku Euro America Inc., 1989.
- [2] Ponton C.B. y Rawlings, R.D., "Vickers indentation fracture toughness test. Part 1: Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations", *Mater. Sci. Technol.* 5, 865-872 (1989).
- [3] Anstis, G.R. et al., "A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements", *J. Am. Soc.*, 64, 533-538 (1981).
- [4] Blendell, J.E., "The origins of internal stresses in polycrystalline alumina and their effects on mechanical properties", Ph.D. Thesis, MIT Press, Cambridge, MA, 1979.
- [5] Lankford, J., "Indentation microfracture in the Palmqvist crack regime: implications for fracture toughness evaluation by the indentation method", *J. Mater. Sci. Lett.*, 1, 493-96(1982).
- [6] Laugier, M.T., *J. Mater. Sci. Lett.*, 4, 1539-1541(1985).
- [7] Laugier, M.T., "New formula for indentation toughness in ceramics", *J. Mater. Sci. Lett.*, 6, 355-356(1987).
- [8] Liang, K.M., Orange, G. y Fantozzi, G., "Evaluation by indentation of fracture toughness of ceramic materials", *J. Mater. Sci. Lett.*, 25, 207-214(1990).

- [9] Best, S., Bonfield, W. y Doyle, C., "A study into the preparation of dense hydroxyapatite ceramics using powders of different morfologies", en Bioceramics, Vol. 1 (Ed. Oonishi, H., Aoki, H. y Sawai), pp. 68-73, Ishiyaku Euro America Inc., 1989.
- [10] Best, S., Bonfield, W. y Doyle, C., "Optimisation of toughness in dense hydroxyapatite ceramics", en Bioceramics, Vol.2 (Ed. Heimke, G.), pp. 57-64, German Ceramic Society, 1989.
- [11] Santos, J.D. et al., "The production and characterisation of a hydroxyapatite ceramic material", en Bioceramics, Vol. 4 (Ed. Bonfield, W., Hastings, G.W. y Tanner, K.E.), Butterworth-Heinemann Ltd, 1991.