

# RESISTENCIA AL CHOQUE TÉRMICO DE MATERIALES DE ALÚMINA-MULLITA

S. Mezquita, R. Uribe, R. Moreno, C. Baudín

Instituto de Cerámica y Vidrio, CSIC  
Departamento de Cerámica  
Antigua Crtra. de Valencia km 24.300, Arganda del Rey, 28500 Madrid

**Resumen.** En este trabajo se propone la adición de pequeñas cantidades de mullita ( $\leq 15\%$  vol) a la alúmina como medio para disminuir las tensiones térmicas creadas en el material debido a cambios bruscos de temperatura. Se han fabricado, por métodos coloidales, materiales compuestos de alúmina-mullita densos ( $>97\% \rho_t$ ) y con pequeño tamaño de grano ( $\leq 3\mu\text{m}$ ). Se ha caracterizado su microestructura y se ha evaluado la resistencia teórica frente al choque térmico a partir de las siguientes propiedades: módulo de elasticidad,  $K_{IC}$ , coeficiente de expansión térmica y conductividad térmica. Se ha caracterizado la resistencia al choque térmico del material compuesto con mayor resistencia teórica y comparado con la de un material de alúmina de referencia, para lo cual se ha puesto a punto un método de enfriamiento brusco de probetas previamente indentadas. Los resultados obtenidos muestran un buen acuerdo con las predicciones teóricas, en particular, el material compuesto presenta un valor superior ( $\approx 15\%$ ) de incremento de temperatura crítico que el material de alúmina de referencia.

**Abstract.** The objective of this work has been to improve the thermal shock resistance of alumina materials by the addition of small amounts of mullite ( $\leq 15\text{vol}\%$ ). Dense ( $>97\% \rho_t$ ) and fine grained ( $\leq 3\mu\text{m}$ ) alumina-mullite composites have been prepared by colloidal routes. The microstructure of the materials has been characterised and their theoretical response to thermal shock has been evaluated from Young's modulus,  $K_{IC}$ , thermal expansion and thermal conductivity. The thermal shock behaviour of the material with the highest calculated resistance has been determined and compared to that of a reference alumina material. A specially developed thermal shock test of indented samples has been used. A good agreement between theoretical predictions and the obtained results has been found. The critical temperature increment for failure of the composite material is increased 15% with regard to that of the reference alumina.

## 1. INTRODUCCIÓN

Los materiales densos de alúmina presentan una excelente resistencia a la deformación y al desgaste, siendo su mayor limitación la baja resistencia al choque térmico.

Las tensiones térmicas desarrolladas en una pieza de un material elástico sometido a un cambio brusco de temperatura son proporcionales al producto del coeficiente de expansión térmica,  $\alpha$ , y del módulo de elasticidad,  $E$ . La respuesta al choque térmico de los materiales frágiles, en términos de máximo incremento de temperatura que una pieza puede sufrir sin que se

produzca la fractura, está descrita por el parámetro clásico,  $R$  [1]:

$$R \approx \sigma_f (E \alpha)^{-1} \quad (1)$$

Así, una segunda fase que disminuyera los términos  $E$  y  $\alpha$ , debería mejorar la respuesta al choque térmico del material.

La mullita ( $3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2$ ) es compatible en estado sólido con la alúmina y presenta valores de  $E$  y  $\alpha$  inferiores a los de la alúmina ( $E \approx 200$  y  $400$  GPa,  $\alpha \approx 4.5 \cdot 10^{-6}$  y  $9 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ ). Sin embargo, sus propiedades mecánicas son inferiores ( $K_{IC} \approx 2\text{-}3 \text{ MPa m}^{1/2}$ ,  $H \approx 10\text{-}15$  GPa).

En este trabajo se propone la adición de pequeñas concentraciones de mullita como fase dispersa (5-15%vol) en una matriz de alúmina como método para aumentar la respuesta de ésta a las tensiones térmicas, sin alterar significativamente su comportamiento mecánico. La preparación de los materiales se ha llevado a cabo por métodos coloidales para asegurar un máximo nivel de empaquetamiento y uniformidad microestructural [2].

## 2. EXPERIMENTAL

### 2.1 Preparación de los materiales

Se han utilizado los siguientes polvos comerciales de alta pureza: alúmina Condea HPA 05 (EEUU) y mullita Baikalo, Baikowski (Francia), cuyos tamaños medios de partícula son 0.4 y 2.7 $\mu$ m, respectivamente. El polvo de mullita fue molido por atrición hasta alcanzar un tamaño medio de 0.7 $\mu$ m.

Se prepararon suspensiones acuosas de cada polvo con contenidos en sólidos de 37 %vol (70 y 65%peso de alúmina y mullita, respectivamente). Como defloculante se empleó un poli electrolito (Dolapix CE64 Zschimmer-Schwarz, Alemania). Cada suspensión se optimizó independientemente, mediante medidas de viscosidad, utilizando distintas concentraciones de dispersante. Por último, se prepararon suspensiones de alúmina con contenidos de mullita de 5, 10 y 15 %vol en las mejores condiciones de defloculación y un contenido en sólidos total de 65%peso (32.1-32.5 %vol). Estas suspensiones se colaron en moldes de escayola para obtener los compactos en verde (placas, 10x10x1 cm<sup>3</sup>) de los materiales compuestos de alumina con 5, 10 y 15 %vol de mullita (A5M, A10M y A15M, respectivamente), que fueron tratados durante 2h a 1600 y 1650°C, utilizando velocidades de calentamiento y enfriamiento de 2°C/min.

### 2.2 Caracterización de los materiales

Las densidades fueron determinadas por el método de Arquímedes en mercurio y agua para las piezas en verde y sinterizadas, respectivamente.

La caracterización microestructural se realizó, sobre muestras pulidas y atacadas térmicamente, utilizando microscopía electrónica de barrido (Zeiss DSM 950). El tamaño medio de grano fue determinado directamente por el método de la intersección sobre microfotografías (5 superficies, 18x60  $\mu$ m<sup>2</sup>), sin realizar ninguna corrección.

El módulo de Young se calculó a partir del periodo propio de vibración de barras (4x5x50 mm<sup>3</sup>) ensayadas por impacto en flexión (Grindosonic MK5 Industrial, Lemmens, Bélgica). La dureza, HV, y la tenacidad, K<sub>IC</sub>,

se calcularon a partir de los tamaños de las huellas producidas por indentación Vickers sobre superficies pulidas, utilizando una carga de 98 N durante 10 s (Leco Hardness Tester, Japón). Para calcular los valores de K<sub>IC</sub> se utilizó la ecuación de Miranzo y Moya [3].

El coeficiente de expansión térmica se determinó por dilatometría (Adhamel Lomargy, Francia) en un intervalo de temperatura de 25-600°C. La difusividad y el calor específico (25-400°C) se determinaron en un equipo de pulso láser (Holometrix Thermalflash, EEUU) utilizando discos de 12.7mm de diámetro y 1mm de altura. La conductividad térmica se calculó a partir de estos valores y de la densidad de los materiales.

Para la caracterización de la respuesta frente al choque térmico del material A10M-1650°C y de alúmina de referencia se utilizaron discos de 11.9mm de diámetro y 3mm de espesor con una de las caras pulida e indentada (98N) en su punto central. Las probetas se introdujeron en una cesta de Kanthal en un horno vertical y se calentaron a diferentes temperaturas utilizando 5°C/min como velocidad de calentamiento y 20min de estabilización. Posteriormente, fueron enfriadas bruscamente, por inmersión en un baño de glicerina a 40°C. Los incrementos de temperatura utilizados han sido de 220 hasta 380°C. Los tamaños de las grietas de indentación, antes y después del choque térmico, se midieron empleando microscopía óptica.

## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Caracterización microestructural y mecánica

Las tablas I y II recogen las características microestructurales y mecánicas de los materiales compuestos.

**Tabla 1.** Características microestructurales de los materiales compuestos en función de la temperatura de sinterización, T. % $\rho_t$ =% densidad teórica, g<sub>med</sub>=tamaño medio de grano, g<sub>int</sub>=intervalo de tamaños de grano.

	A5M		A10M		A15M	
T(°C)	1600	1650	1600	1650	1600	1650
% $\rho_t$	97.5	98.8	96.9	98.5	96.3	97.9
g <sub>med</sub> ( $\mu$ m)	0.8 $\pm$ 0.6	1.6 $\pm$ 0.6	0.9 $\pm$ 0.3	1.2 $\pm$ 0.3	1.1 $\pm$ 0.2	1.3 $\pm$ 0.2
g <sub>int</sub> ( $\mu$ m)	0.5- 1.8	1.0- 3.0	0.5- 1.6	0.8- 1.8	0.9- 1.2	0.9- 1.6

La figura 1 muestra la microestructura de los materiales compuestos de mayor densidad y la de un material de alúmina diseñado con densidad y tamaños de grano próximos, para que pueda ser utilizado como material de referencia.

**Tabla 2.** Propiedades mecánicas de los compuestos y del material de alúmina de referencia. Como error se indica la desviación estándar de 5 determinaciones.

	A	A5M		A10M		A15M	
T, °C	1500	1600	1650	1600	1650	1600	1650
HV, GPa	19.0± 0.5	18.6± 0.7	16.7± 0.6	16.0± 0.5	18± 1	17.0± 0.3	17.5± 0.5
E, GPa	388± 10	363± 10			359± 10		351± 10
K <sub>C</sub> MPam <sup>1/2</sup>	4.0± 0.4	4.0± 0.4	4.2± 0.2	4.1± 0.7	3.8± 0.2	3.9± 0.2	3.9± 0.3

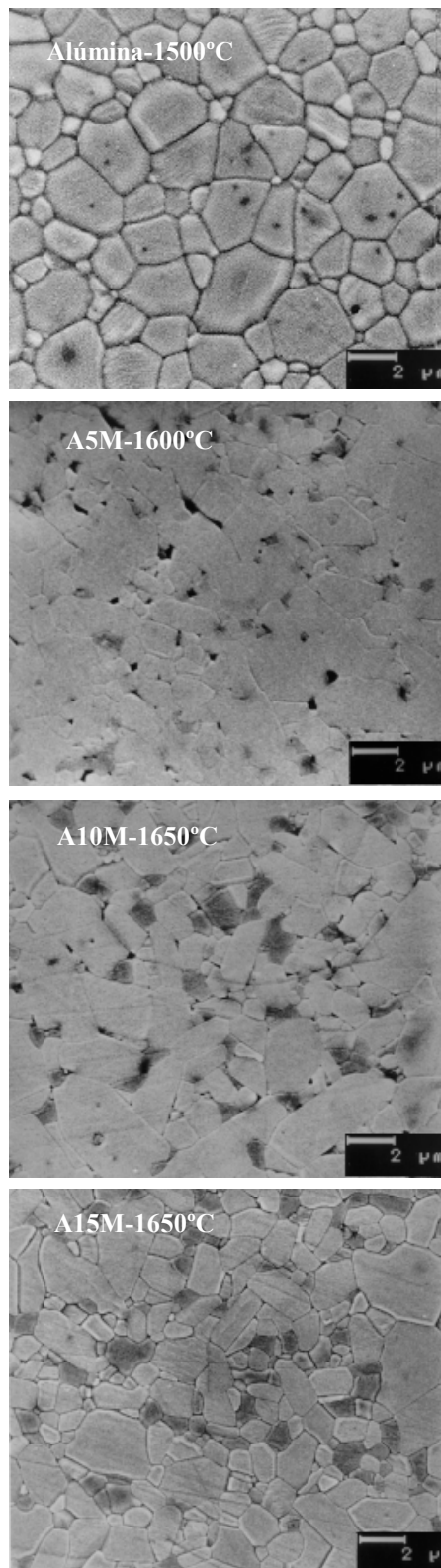
Los valores de la dureza y del módulo de elasticidad de todos los compuestos son inferiores a los correspondientes a la alúmina de referencia. Los valores del módulo de elasticidad presentan un buen acuerdo con los calculados utilizando el límite de Voight para materiales compuestos. La dureza está afectada por la densidad y la microestructura de los materiales, además de por la composición. El caso más singular es el del material A5M-1650°C, el cual presenta una dureza inferior a la del material sinterizado a 1600°C, a pesar de tener una porosidad total menor, debido a la porosidad intragranular formada en el material como consecuencia del crecimiento exagerado de grano.

Dado que no existen diferencias apreciables entre los valores de la tenacidad y que los compuestos A5M-1600°C, A10M-1650°C y A15M-1650°C presentan valores de dureza cercanos a los de la alúmina, se han seleccionado estos tres materiales para su caracterización térmica.

### 3.2 Planteamiento del ensayo de resistencia al choque térmico

El análisis de las grietas simétricas formadas en los vértices de una indentación Vickers [4-5] muestra que el factor de intensidad de tensiones,  $K_0$ , en la punta de una grieta de tamaño  $C_0$  formada debido a una carga  $P$  viene dado por:

$$K_0 = K_C = \chi_r P C_0^{-3/2} \quad (2)$$



**Figura 1.** Microestructuras características de los materiales estudiados. Se señala composición y temperatura de sinterización.

Donde  $K_C$  es el la tenacidad del material y  $\chi_r$  es una constante que evalúa la magnitud de las tensiones residuales:

$$\chi_r = \varphi_r (E / H)^{1/2} \quad (3)$$

$\varphi_r$  es una constante que depende de las características del indentador.

Cuando la probeta indentada se somete a enfriamiento brusco (choque térmico), se crea una tensión en la superficie de la pieza,  $\sigma_T$ , que depende de la magnitud de la diferencia de temperatura,  $\Delta T$ . La acción conjunta de esta tensión térmica y la tensión residual da lugar al siguiente factor de intensidad de tensiones:

$$K = \lambda \chi_r P C^{-3/2} + \sigma_T (\Omega \pi C)^{1/2} \quad (4)$$

Donde el término  $\sigma_T (\Omega \pi C)^{1/2}$  es el factor de intensidad de tensiones correspondiente a una grieta semicircular y  $\lambda$  es un coeficiente de relajación de la tensión residual que varía entre 1 y 0. En general, esta constante se toma como 1 en los ensayos de choque térmico, lo cual tiene sentido si no se produce agrietamiento lateral en las muestras debido a los cortos tiempos de estabilización y relativamente bajos valores de la temperaturas que se emplean.

En condiciones de equilibrio,  $K$  iguala a la tenacidad del material,  $K_C$ , y se obtiene la siguiente relación entre la tensión térmica y el tamaño de grieta ( $\lambda=1$ ):

$$\sigma_T = K_C \cdot (\Omega \pi C)^{1/2} [1 - (\chi_r P / K_C C^{3/2})]^{-1} \quad (5)$$

Diferenciando  $\sigma_T$  respecto a  $C$ , se deduce que la grieta inicial sufre una propagación estable, bajo el efecto de la tensión térmica [6-7], hasta un valor final  $C_m$ :

$$C_m = (4 \chi_r P / K_C)^{2/3} \quad (6)$$

$$C_m / C_0 = 2.52 \quad (7)$$

La tensión asociada cuando  $C = C_m$  es:

$$\sigma_m = 0.47 K_C^{4/3} / (\pi \Omega)^{1/2} (\lambda \chi_r P)^{1/3} \quad (8)$$

Teniendo en cuenta las ecuaciones (2) y (4), se obtiene la siguiente relación entre la tensión térmica y los tamaños inicial y final de la grieta, en condiciones de equilibrio:

$$\sigma_T = [\chi_r P (C_0^{-3/2} - C^{-3/2})] / (\pi \Omega C)^{1/2} \quad (9)$$

Osterstock y col [6-7] han propuesto utilizar ensayos sobre probetas indentadas para comparar la resistencia al choque térmico relativa de diferentes materiales. El procedimiento de estos autores consiste en someter probetas indentadas con cargas,  $P$ , variables a un incremento de temperatura fijo,  $\Delta T$ . La curvas  $C/C_0$  frente a  $P$  reflejan la resistencia relativa.

En este trabajo se propone un método diferente, que consiste en someter probetas con tamaños de grieta,  $C_0$ , iguales a incrementos de temperatura,  $\Delta T$ , crecientes. Las tensiones térmicas,  $\sigma_T$ , creadas son función de  $\Delta T$ :

$$\sigma_T = E \alpha \Delta T G \quad (10)$$

Donde el factor de proporcionalidad,  $G$ , incluye los términos geométricos y de transferencia de calor. Para condiciones suaves de transferencia de calor,  $G$  es función del número de Biot,  $\beta = ah/k$ , siendo  $a$  y  $h$  la longitud característica y el coeficiente superficial de transferencia de calor, respectivamente, y  $k$  la conductividad térmica del material. Cuando el número de Biot es pequeño, se tiene:

$$\Delta T = \sigma_T k / g h E \alpha \quad (11)$$

Donde  $g$  es una constante que depende de la geometría de la pieza y de la distribución de las tensiones.

Las grietas crecerán de forma estable para incrementos de temperatura inferiores al incremento de temperatura crítico,  $\Delta T_C$ , para el cual  $\sigma_T = \sigma_m$  (ec. 8):

$$\Delta T_C = \sigma_m k / h g E \alpha \quad (12)$$

Con objeto de evaluar el posible efecto de las adiciones de mullita en la conductividad térmica de la matriz de alúmina, en este trabajo se ha utilizado un método de ensayo que implica condiciones de transferencia de calor suaves. La determinación del crecimiento relativo de grieta  $C/C_0$  frente a intervalos de temperatura,  $\Delta T$ , crecientes, proporcionará una evaluación del comportamiento relativo de los materiales sometidos a choque térmico.

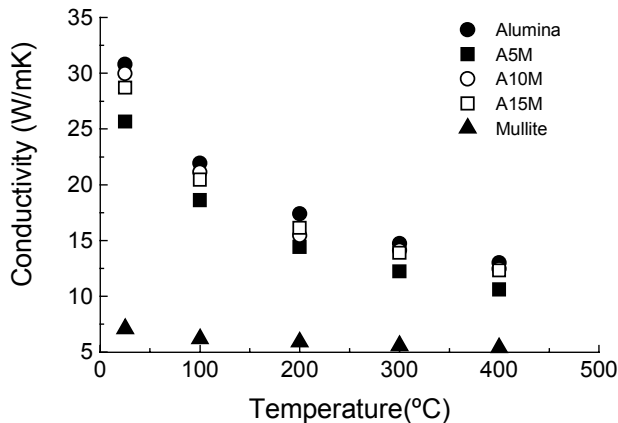
### 3.3.- Propiedades térmicas

La ecuación (12) muestra que la resistencia al choque térmico depende del coeficiente de expansión térmica,  $\alpha$ , y de la conductividad térmica,  $k$ , del material. Estas dos propiedades térmicas determinan el nivel de las tensiones creadas en la pieza sometida a un cambio de temperatura.

Los valores de  $\alpha$ , entre 25 y 600°C, obtenidos fueron  $9.0 \pm 0.1$ ,  $8.7 \pm 0.1$ ,  $8.4 \pm 0.1$ ,  $8.3 \pm 0.1 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ , para la alúmina, y los materiales A5M, A10M y A15M seleccionados, respectivamente, resultados que confirman el efecto beneficioso de las adiciones de mullita en lo que se refiere a disminución de este parámetro.

En la figura 2 se representa la variación de  $k$  con la temperatura para los materiales compuestos, la alúmina

de referencia y un material de mullita con 98.0% de densidad teórica. Los valores obtenidos para los materiales compuestos son muy cercanos a los de la alúmina y no presentan una variación sistemática con el contenido de mullita. Los valores correspondientes al material A5M son siempre inferiores, lo cual está relacionado con la menor densidad que presenta este material (tabla 1).



**Figura 2.** Conductividad térmica de los materiales estudiados. Asimismo, se representan los valores correspondientes a un material de mullita con 98% de densidad teórica.

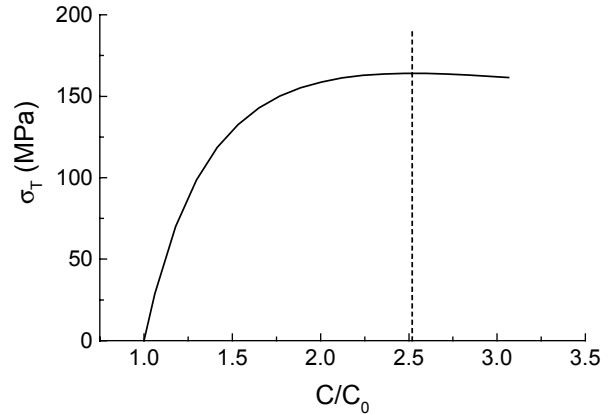
El hecho de que  $k$  se vea más afectada por la porosidad que por la presencia de una fase para la cual esta propiedad es un orden de magnitud inferior se debe a las pequeñas cantidades de mullita presentes, inferiores a la necesaria para que ocurra la percolación ( $\approx 20\%$ vol). Por lo tanto, la presencia de mullita no supone una degradación importante de las propiedades de la alúmina en términos de transferencia de calor.

### 3.4.- Resistencia al choque térmico teórica

Con objeto de evaluar la resistencia al choque térmico teórica de los materiales se ha tenido en cuenta que, cuando se utiliza una carga de indentación de 98N para crear la grieta inicial, el crecimiento de ésta bajo una tensión térmica dada (ecuación 9) va a ser igual para los cuatro materiales, ya que:

- los tamaños de grieta son coincidentes:  $201 \pm 15$ ,  $216 \pm 14$ ,  $220 \pm 14$  y  $210 \pm 16$   $\mu\text{m}$  para alúmina, A5M, A10M y A15M, respectivamente
- los valores de  $E/H$  y, por lo tanto  $\chi_r$ , son muy similares: 20.4, 19.5, 19.9, 20.0, para alúmina, A5M, A10M y A15M, respectivamente.

Por lo tanto, se puede construir un único gráfico  $\sigma_T$  frente a  $C/C_0$  para los cuatro materiales, tal y como el mostrado en la figura 3, donde se ha tomado  $\chi_r=1$  por simplicidad,  $C_0=212\mu\text{m}$ , y  $\Omega=4\pi$  para una grieta semicircular superficial.



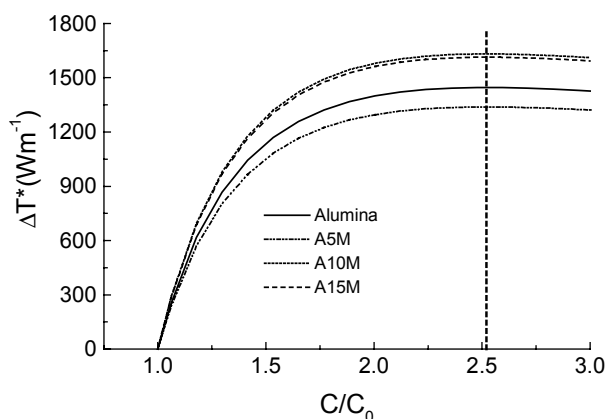
**Figura 3.** Relación entre la tensión térmica y el crecimiento relativo de grieta para los cuatro materiales estudiados.

La gráfica equivalente a la de la figura 3, construida para los incrementos de temperatura que originan las tensiones térmicas, describirá el comportamiento relativo de los materiales sometidos a incrementos de temperatura crecientes. En la figura 4 se muestra esta gráfica para los materiales estudiados; se ha definido un incremento de temperatura generalizado,  $\Delta T^*$ , para condiciones de ensayo (g y h) idénticas:

$$\Delta T^* = \Delta T \cdot g \cdot h = \sigma_T \cdot k / E \cdot \alpha \quad (14)$$

Para la construcción de esta gráfica se han utilizado los valores de la figura 2 y de las propiedades de los materiales (tabla 2 y  $\alpha$ ). Dado que la temperatura del baño de glicerina fue  $40^\circ\text{C}$  en todos los ensayos, como valor de la conductividad térmica se ha utilizado el determinado a temperatura ambiente.

El material que presenta una menor resistencia teórica es el A5M, su baja conductividad térmica determina este comportamiento, por encima del efecto beneficioso de disminución de los valores de  $E$  y  $\alpha$  por la adición de mullita.



**Figura 4.** Resistencia al choque térmico teórica para los materiales estudiados.  $C/C_0$  es el crecimiento relativo de grieta,  $\Delta T^*$  es el incremento de temperatura crítico generalizado definido por  $\Delta T^* = \Delta T \cdot g \cdot h$ , donde  $\Delta T$  es el incremento de temperatura real,  $g = \text{cte}$  y  $h$  es el coeficiente de transmisión de calor superficial.

El fuerte efecto que tienen pequeñas variaciones de la conductividad térmica en las tensiones creadas, se observa también al comparar los comportamientos teóricos de los materiales A10M y A15M, ya que son coincidentes a pesar de las diferencias en  $E$  y  $\alpha$ . Ambos materiales presentan una resistencia superior a la del material de alúmina.

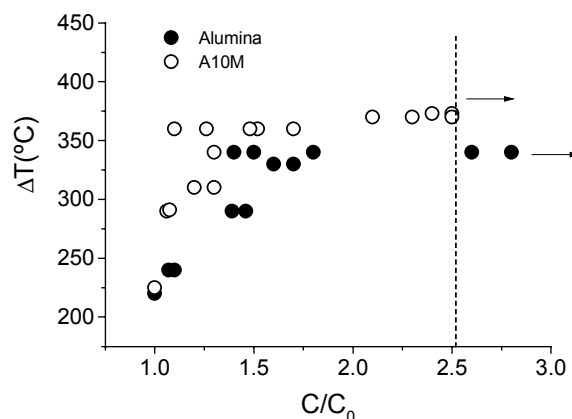
### 3.5.- Ensayos de resistencia al choque térmico

Con objeto de comprobar la validez de los resultados de la figura 4 y, en particular, el efecto de aumento de la resistencia al choque térmico de la alúmina mediante la adición de mullita, se seleccionó el material A10M, ya que es el que tiene la misma densidad relativa y la microestructura más similar (tabla 1, fig.1).

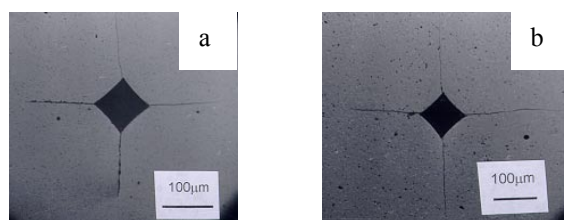
En la figura 5 se muestran los resultados de resistencia al choque térmico obtenidos para estos dos materiales y en la figura 6 se muestra el aspecto de probetas ensayadas utilizando los menores incrementos de temperatura.

Únicamente se observó agrietamiento lateral en las muestras ensayadas utilizando los incrementos de temperatura mayores ( $\Delta T \approx 330-340^\circ\text{C}$  para la alúmina,  $\Delta T \approx 360-370^\circ\text{C}$  para A10M). La relajación de las tensiones térmicas debidas al enfriamiento brusco por medio del agrietamiento adicional, da origen a una alta variabilidad en los resultados obtenidos con estos intervalos de temperatura (fig. 4).

**Figura 5.** Resultados de los ensayos de resistencia al



choque térmico.



**Figura 6.** Aspecto de probetas sometidas a choque térmico.

- a) Alúmina de referencia.  $\Delta T = 240^\circ\text{C}$ .  $C/C_0 = 1.07$
- b) A10M-1650°C.  $\Delta T = 290^\circ\text{C}$ .  $C/C_0 = 1.08$

En las probetas de alúmina se observó crecimiento inestable de las grietas ( $C/C_0 > 2.52$ ), las cuales incluso atravesaban toda la muestra, para incrementos de temperatura de  $340^\circ\text{C}$ . Para el material compuesto, se pudieron realizar ensayos con  $\Delta T$  de hasta  $370^\circ\text{C}$  con crecimiento estable ( $C/C_0 < 2.52$ ), y en las probetas sometidas a  $\Delta T = 380^\circ\text{C}$  las grietas crecieron de forma inestable.

Por lo tanto, el incremento de temperatura crítica para el material compuesto es  $40^\circ\text{C}$  superior al de la alúmina, resultado ( $\Delta T_{C, A10M} / \Delta T_{C, Alúmina} = 1.12$ ) que muestra un buen acuerdo con el comportamiento teórico mostrado en la figura 4:

$$\Delta T^*_{C, A10M} / \Delta T^*_{C, Alúmina} = \Delta T_{C, A10M} / \Delta T_{C, Alúmina} = 1.12$$

## 4. CONCLUSIONES

Se ha estudiado la influencia de pequeñas adiciones de mullita (5, 10 and 15%vol) en las propiedades mecánicas y térmicas y en la resistencia al choque térmico de un material de alúmina densa y con pequeño tamaño de grano.

- i) La tenacidad, determinada por la técnica de la indentación, no se ve afectada por la presencia de mullita.
- ii) Para materiales con iguales niveles de porosidad, la dureza, el módulo de Young y el coeficiente de expansión térmica disminuyen de acuerdo con el aumento de la proporción de mullita.
- iii) La conductividad térmica está fuertemente afectada por pequeños niveles de porosidad. Para materiales con porosidad similar, el efecto de la mullita es mínimo.
- iv) Pequeñas adiciones de mullita dispersas en la matriz de alúmina aumentan su resistencia al choque térmico, de acuerdo con las predicciones teóricas.

Agradecimientos

Proyectos CICYT MAT96-0408 y MAT97-0676.

CONICIT (Venezuela), estancia de R. Uribe.

## 5. REFERENCIAS

- [1] Hasselman, D.P.H., "Thermal Stress Resistance Parameters for Brittle Refractory Ceramics: A Compendium", Am. Ceram. Soc. Bull., **49** (12) 1033-1037 (1970).
- [2] Moreno, R., "Tendencias en el conformado de suspensiones cerámicas", Bol. Soc. Esp. Ceram. Vidr. **39** (5) 601-608 (2000).
- [3] Miranzo, P., Moya, J.S., "Elastic/Plastic Indentation in Ceramics: a Fracture Toughness Determination Method", Ceram. Int. **10** (4) 47-52 (1984).
- [4] Anstis, G.R., Chantikul, P., Lawn, B.R., Marshall, D.B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements", J. Am. Ceram. Soc. **64** (9) 533-38 (1981).
- [5] Chantikul, P., Anstis, G.R., Lawn, B.R., Marshall, D.B., "A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: II, Strength Method", J. Am. Ceram. Soc. **64** (9) 539-43 (1981).
- [6] Osterstock, F., "Contact Damage Submitted to Thermal Shock: A method to Evaluate and Simulate Thermal Shock resistance of Brittle Materials", Mat. Sci. Eng. **A.168** 41-46 (1993).
- [7] Osterstock, F., Tancrét, F., "The Vickers Indentation Technique Used to Evaluate Thermal Shock Resistance of Brittle Materials", Scripta Mater., **37** (4) 443-47 (1997).