

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA DE MATERIAIS

**Determinação de Tenacidade à Fratura em Cerâmicas pelo
Método de Indentação Vickers.**

IAGO CORDEIRO SANTA BÁRBARA

SÃO CARLOS - SP
2025

Determinação de Tenacidade à Fratura em Cerâmicas pelo Método de Indentação Vickers.

Trabalho de conclusão de curso apresentado ao Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos, como requisito para obtenção do título de bacharel em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Edson Roberto Leite

Coorientador: Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti



ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO (TCC)

NOME: Iago Cordeiro Santa Barbara

RA: 769715

TÍTULO: Determinação de tenacidade à fratura em cerâmicas pelo método de indentação Vickers

ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Edson Roberto Leite

CO-ORIENTADOR(A): Prof. Dr. Vinicius Fiocco Sciuti

DATA/HORÁRIO: 11/07/2025, 9h

BANCA – NOTAS:

	Monografia	Defesa
Prof. Dr. Edson Roberto Leite	10	10
Profa. Dra. Ana Paula da Luz	10	10
Média	10	10

BANCA – ASSINATURAS:

Prof. Dr. Edson Roberto Leite

Documento assinado digitalmente
gov.br EDSON ROBERTO LEITE
Data: 15/07/2025 09:01:24-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Profa. Dra. Ana Paula da Luz

Documento assinado digitalmente
gov.br ANA PAULA DA LUZ
Data: 11/07/2025 10:07:46-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais, Eder e Cynthia, ao meu irmão, Igor, e à minha eterna companheira, Franciele.

AGRADECIMENTO

Agradeço aos meus pais, Eder e Cynthia, e ao meu irmão, Igor, por todo apoio e suporte em todos os momentos da minha vida. Sem vocês, nada teria sido possível.

À minha namorada, Franciele, que sempre esteve presente, principalmente nas minhas fases de maior necessidade. Obrigado por todos os momentos e por fazer parte da minha vida.

Aos meus sogros, Cristiana e Francisco, e aos meus cunhados, Fernando e Pedro, por também fazerem parte da minha vida.

Ao meu orientador, Edson Roberto Leite, e coorientador, Vinicius Fiocco Sciuti, pela orientação e apoio nesse trabalho.

À professora Ana Paula da Luz pelas contribuições em meu trabalho e por aceitar compor a banca de defesa.

Agradeço ao Adalto e Mateus, pelos conselhos, momentos de descontração e amizade.

À Carolina, por enfrentar a jornada da graduação comigo e compartilhar os “momentos de surto”.

Ao Eduardo, amigo de infância que, mesmo com a distância, permaneceu presente.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais (DEMa), ao Centro de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), ao Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), por permitirem e contribuírem com a realização deste trabalho.

Por fim, agradeço a todos que, de alguma forma, contribuíram para a minha formação acadêmica e pessoal.

*Prefiro ser essa metamorfose ambulante, do que
ter aquela velha opinião formada sobre tudo.*

Metamorfose Ambulante, Raul Seixas.

RESUMO

O presente trabalho teve como objetivo a avaliação do método de medição de tenacidade à fratura por indentação Vickers em materiais cerâmicos, verificando os seus pontos positivos e negativos. Para isso, foram feitos testes iniciais com alguns corpos de provas cerâmicos de diferentes geometrias, verificando o primeiro potencial do método, que não necessita de uma geometria específica da amostra. Os materiais utilizados foram alumina (Al_2O_3), espinélio (MgAl_2O_4), zircônia (ZrO_2) e magnésia (MgO), e foi possível comparar diferentes formas de embutimento das amostras para a etapa de polimento da superfície a ser indentada, além de comparar as vantagens e desvantagens em se utilizar a microscopia óptica ou eletrônica de varredura para visualização das indentações. Também, a composição de alumina (Al_2O_3), ítria com zircônia ($\text{Y}_2\text{O}_3+15\%\text{-mol ZrO}_2$) e ítria pura (Y_2O_3) foram utilizadas para os testes, com o intuito de se avaliar um possível efeito de tenacificação da zircônia em ítria, comparando esses valores com o da alumina. As amostras foram sinterizadas a 1650°C por 3h, passaram pelo mesmo processo de polimento de suas superfícies para posterior indentação. Os valores de dureza obtidos variaram entre essas composições, mas estão de acordo com a literatura, sendo de $12,2\pm 0,4$ GPa para ítria com zircônia e $9,2\pm 0,4$ GPa para a ítria pura. Já as medidas de tenacidade à fratura tiveram valores também iguais entre os dois materiais compostos de ítria, mas ficaram abaixo ao de outros trabalhos presentes na literatura, de modo que os resultados obtidos estão na ordem de $1,17\pm 0,05$ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. Não foi possível realizar as medições para a amostra de alumina pois as trincas superficiais não estavam se formando em diferentes cargas testadas. Por fim, foram comparadas algumas equações utilizadas para o cálculo de tenacidade à fratura, chegando-se à conclusão de que a equação de Niihara para o sistema de trincas mediano foi a que mais aproximou os valores obtidos dos encontrados na literatura. Mesmo assim, uma das desvantagens do método está relacionado à quantidade de equações a serem testadas, não existindo uma certeza de qual seria a ideal sem que os valores da literatura fossem consultados. No entanto, foi possível perceber que essa metodologia é prática e com baixos custos, possibilitando a realização de muitas medidas em pouco tempo. Também, a comparação dos resultados entre amostras permite verificar a presença ou não de mecanismos de tenacificação, os quais não foram observados nas amostras produzidas.

Palavras-chave: Tenacidade à fratura; Indentação Vickers; Cerâmica.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	1
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	3
2.1 Ligações atômicas	3
2.2 Fator de concentração de tensões	5
2.3 Medição da tenacidade à fratura em cerâmicas	8
2.4 Método de indentação Vickers	12
2.5 Vantagens e desvantagens do método de indentação Vickers.....	16
3 MATERIAIS E MÉTODOS	18
3.1 Amostras iniciais	18
3.1 Amostras finais	20
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	23
4.1 Resultados obtidos para as amostras iniciais	23
4.2 Resultados obtidos para as amostras finais	27
5 CONCLUSÕES.....	35
REFERÊNCIAS	37

1 INTRODUÇÃO

Existe uma grande importância em se caracterizar diversas propriedades dos materiais, pois influenciarão as aplicações deles. Desse modo, existe uma correlação entre estrutura, propriedades e aplicação dos materiais, sendo uma das classes a de propriedades mecânicas, que são importantes para praticamente qualquer ocasião, principalmente quando se trata de produtos estruturais (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018; BARSOUM, 2019).

Uma dessas propriedades de grande importância é a tenacidade à fratura, ainda mais para materiais tipicamente frágeis, como as cerâmicas. Isso, pois os produtos cerâmicos costumam apresentar fratura catastrófica, ou seja, sem que possa ser visualizado um crescimento de trinca anteriormente ao rompimento. Esse fato pode ser perigoso para diversas aplicações estruturais e, com isso, os estudos sobre tenacificação de materiais cerâmicos são de extrema importância. Assim, formas de aumentar a tenacidade à fratura são importantes. Esse processo de tenacificação é muito característico em materiais cerâmicos, e pode ser obtido por um aumento da energia gasta pela trinca para percorrer o material, ou até mesmo fazendo a incorporação de uma segunda fase com maior módulo elástico ou com capacidade de deformação plástica, fazendo com que a trinca necessite também dispendar mais energia para o rompimento do material.

Uma dessas formas de tenacificação é como no estudo de Chen et al. (2023), em que a incorporação de vacância foi feita no material cerâmico, gerando uma distorção na rede cristalina. No entanto, isso fez com que a própria rede cristalina possuísse maior capacidade de deformação quando uma força era aplicada, observando-se um efeito de tenacificação nas amostras de nitretos que foram estudados.

Além desse, outros estudos buscam gerar mais discordâncias, aumentando também os sistemas de deslizamento dessas, tendo em vista que esse fenômeno é fundamental para a deformação plástica dos metais. Assim, diferentes técnicas são utilizadas, como aumento de temperatura e deformação plástica de cerâmicas em altas temperaturas (WANG; KARATO; FUJINO, 1993; OTSUKA; OTSUKA, 2003; TAERI et al., 2004).

Segundo a mecânica clássica dos sólidos, a resistência à fratura é descrita pelo módulo de intensidade de tensão K , relacionado à energia liberada pelo avanço de uma trinca (função da energia de deformação elástica, conforme Irwin e

Griffith). Nesse contexto, a tenacidade à fratura K_{IC} representa o valor crítico de K para a fratura em modo I (de abertura), sendo considerada uma propriedade intrínseca ao material, que diz o quão difícil uma trinca se propaga pelo corpo de prova até sua fratura. Portanto, altos valores de K_{IC} são melhores para evitar a propagação instável de trincas.

Para medição de K_{IC} em cerâmicas, existem alguns métodos mais utilizados e já padronizados em normas técnicas, como a ASTM C1421-18(2025). Os métodos nela listados são explicados posteriormente no texto, mas basicamente todos se baseiam na conformação de um corpo de prova com geometria paralelepípedica com dimensões específicas, e a formação de uma trinca ou entalhe no mesmo. A importância dessa trinca ou entalhe é gerar uma concentração de tensões em suas pontas, verificando-se, assim, o efeito de crescimento da trinca de acordo com uma carga aplicada. Os testes são realizados com o auxílio de uma máquina de flexão em 3 ou 4 pontos.

Essas metodologias possuem uma boa robustez nos dados obtidos, apesar de serem de difícil realização. Por outro lado, existe a metodologia de medição de tenacidade à fratura por indentação, sendo a mais conhecida a Vickers. Essa forma de se avaliar o K_{IC} de materiais cerâmicos se tornou muito conhecido devido à sua facilidade de aplicação e baixo custo, sendo que um corpo de prova com quaisquer dimensões pode ser utilizado, além de necessitar apenas de uma polítriz e um durômetro com indentador Vickers. Existem controvérsias com relação à validade dos dados obtidos por essa técnica, as quais são mostradas ao longo do texto. Porém, do mesmo modo, surgiram questionamentos sobre a validade dos ensaios já normalizados para medição dessa propriedade, tendo em vista que eles não levam em consideração efeitos adversos como o crescimento subcrítico de trinca e materiais com curva R crescente.

Esse trabalho tem como objetivo verificar a metodologia de medição da tenacidade à fratura de materiais cerâmicos por indentação Vickers, verificando suas vantagens e desvantagens. Para tanto, foram produzidas duas composições de Y_2O_3 com diferentes concentrações de ZrO_2 , além de uma amostra de Al_2O_3 . Existe, ainda, o intuito de se verificar qual a influência da adição de zircônia em ítria para algumas propriedades mecânicas, como módulo de elasticidade, dureza e tenacidade à fratura.

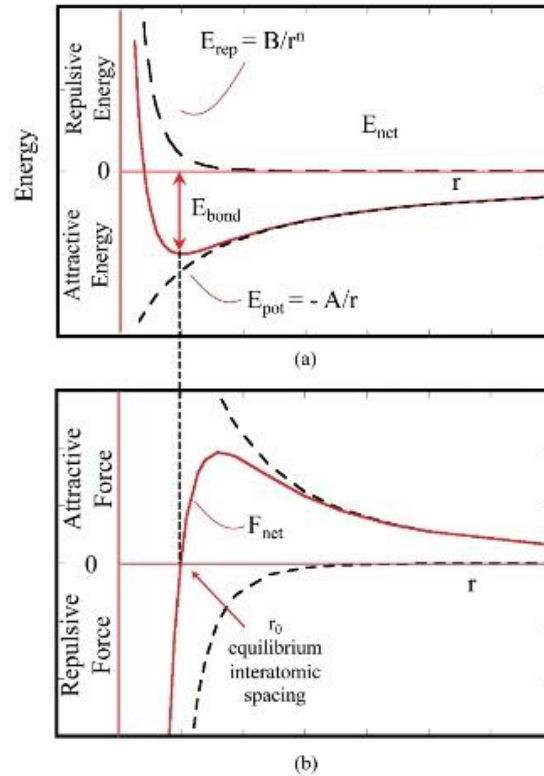
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 Ligações atômicas

Os materiais são formados por átomos que estão unidos por ligações químicas, sendo que essas podem ser covalentes, metálicas ou iônicas. Na realidade, as ligações sempre possuem um determinado caráter covalente, iônico e/ou metálico. De todo modo, elas são responsáveis por manter os átomos a uma distância interatômica média de equilíbrio em uma determinada temperatura e pressão (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018; BARSOUM, 2019).

Essa distância é determinada quando a força resultante entre esses átomos for nula, ou seja, quando as forças atrativa e repulsiva geradas entre essas espécies forem iguais em módulo. Também é possível pensar em termos energéticos, de modo que dois íons (analisando-se uma ligação iônica) em uma cerâmica estão ligados e possuem uma energia média mínima referente à essa distância de equilíbrio. Essa energia (E_{net}) é composta por uma energia atrativa (E_{pot}) e uma energia repulsiva (E_{rep}), gerando o gráfico mostrado na Figura 1, com E_{net} em função da distância interatômica média dos íons (r).

Figura 1: Energia e força de ligação entre dois átomos com relação à distância interatômica.



Fonte: Barsoum (2019, p. 27).

Dessa forma, teremos E_{pot} determinado pela Equação (1), E_{rep} pela Equação (2) e E_{net} a Equação (3):

$$E_{pot} = \frac{z_1 z_2 e^2}{4\pi\epsilon_0 r} \quad (1)$$

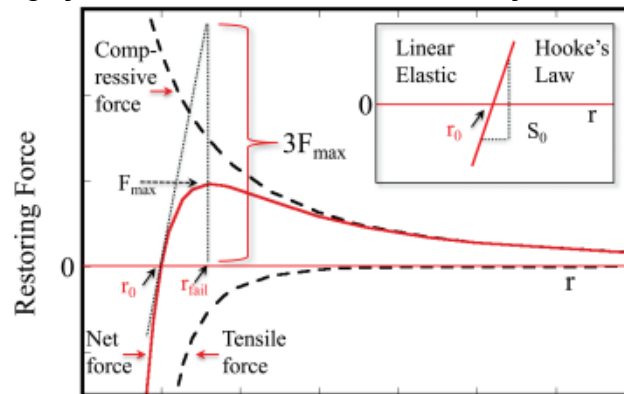
$$E_{rep} = \frac{B}{r^n} \quad (2)$$

$$E_{net} = \frac{z_1 z_2 e^2}{4\pi\epsilon_0 r} + \frac{B}{r^n} \quad (3)$$

Sendo que z_1 e z_2 são as cargas dos íons; e é a carga elementar; r é a distância interatômica; ϵ_0 é a permissividade elétrica do vácuo e B e n são constantes empíricas. Com isso, é possível visualizar que, quando E_{net} estiver em seu mínimo, a distância interatômica média dos íons será a de equilíbrio (r_0) e a força resultante atuando neles será nula, como mostrado na Figura 1. Essa força resultante é obtida pela derivada da Equação (3) em função da distância interatômica dos íons, gerando a Equação (4).

$$F_{net} = -\frac{z_1 z_2}{4\pi\epsilon_0 r^2} - \frac{nB}{r^{n+1}} \quad (4)$$

Figura 2: Força de ligação entre dois átomos com relação à distância interatômica.



Fonte: Barsoum (2019, p. 104).

Portanto, é possível visualizar que a força necessária para romper uma ligação é F_{max} , indicado na Figura 2, de modo que ao tentar separar os dois íons (ou átomos) uma força resultante positiva (de atração) passa a predominar, até que eles estejam separados a uma distância (r_{fail}), em que a ligação química é rompida. Nesse momento, como afirmado por Barsoum, 2019, a tensão necessária para romper essas ligações (σ_{max}) é, em teoria, cerca de quinze décimos do módulo de elasticidade do material. Porém, na prática, os valores observados são de, aproximadamente, 1/100 a 1/1000 do módulo de Young, demonstrando que algum fator é responsável pela grande diminuição da tensão máxima de ruptura de um material quando tensionado. Esse fator é a presença de defeitos no material, como poros, trincas, presença de segundas fases frágeis etc. Assim, principalmente quando relacionado aos materiais cerâmicos, a presença de trincas, mesmo em corpos altamente densificados, passa a ser uma constante, devido ao processamento que, em geral, é feito por sinterização dos pós cerâmicos, por conta de suas altíssimas temperaturas de fusão. Isso gera um processo em que as trincas dificilmente são completamente fechadas, diferentemente de um processo de fusão seguido por conformação, por exemplo.

2.2 Fator de concentração de tensões

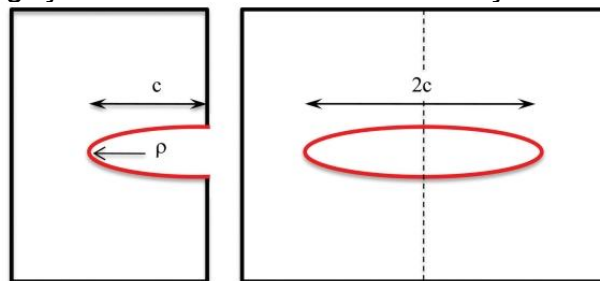
Na realidade, os materiais realmente suportam tensões na ordem de 1/15 do seu módulo de elasticidade, porém isso ocorre na ponta de uma trinca, em geral. Isso pois as trincas funcionam como concentradores de tensão, de modo que uma

tensão aplicada no material (σ_{app}) será inferior ao valor “sentido” pela ponta de uma trinca (σ_{tip}). Essa relação pode ser vista na Equação 5:

$$\sigma_{tip} = 2\sigma_{app} \sqrt{\frac{c}{\rho}} \quad (5)$$

Assim, sendo c o comprimento da trinca e ρ seu raio de curvatura, podemos visualizar que a tensão na ponta de uma trinca será aumentada quanto maior for seu comprimento e menor o seu raio de curvatura, ou seja, trincas grandes e afinadas são piores para as propriedades mecânicas do material. A Figura 3 mostra um defeito com as dimensões citadas anteriormente.

Figura 3: Força de ligação entre dois átomos com relação à distância interatômica.

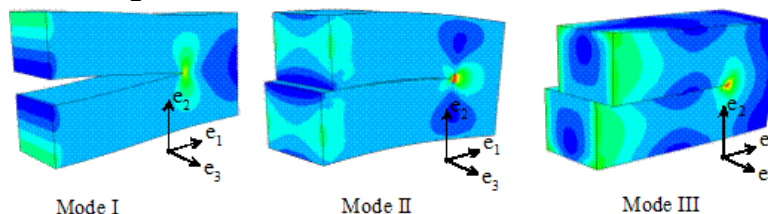


Fonte: Barsoum (2019, p. 375).

Portanto, uma cerâmica irá se fraturar repentinamente quando uma força aplicada no material gerar uma tensão na ponta de uma trinca tão grande quanto a tensão teórica do material (σ_{max}).

Pode-se observar que temos três casos característicos da fratura: o Modo I, em que existe uma tentativa de abertura de uma trinca/entalhe; o Modo II, cujas forças aplicadas geram um efeito de cisalhamento; e o Modo III, com um rasgamento do material. Esses três casos podem ser visualizados na Figura 4.

Figura 4: Modos de fratura característicos.



Fonte: Bower (2008).

A Figura 4 mostra as regiões com maior concentração de tensão para cada um dos modos, de forma que cores que mais se afastam do azul representam maiores concentrações de tensão (como o amarelo e o vermelho). Então, no Modo

I, para forças aplicadas em sentidos opostos na direção e_2 existe uma concentração de tensões na mesma direção, contribuindo com a propagação da trinca no sentido do eixo e_1 .

Uma medida importante para a mecânica da fratura linear elástica (MFLE) é o fator de intensidade de tensão (K), que serve como um fator de escala para definir a magnitude do campo de tensões na ponta da trinca. Como a maioria dos ensaios de fratura são realizados com o Modo I (BOWER, 2008), teremos o fator de intensidade de tensão no Modo I (K_I). Dessa forma, uma cerâmica sofrerá fratura frágil quando a tensão atingir o valor máximo de intensidade de tensão (K_{IC}) para uma tensão e tamanho de trinca críticos (ANDERSON, 2005). Assim, podemos afirmar que o K_{IC} é uma medida alternativa da tenacidade à fratura do material.

Isso, pois K é obtido pela Equação (6), em que Y é um fator geométrico, σ a tensão aplicada no corpo de prova e a o tamanho de uma trinca superficial ou a metade do comprimento total de uma trinca interna. Então, com um tamanho específico de trinca, atinge-se o fator de intensidade de tensão crítico (K_{IC}) quando uma tensão crítica (σ_c) também é atingida, obtendo-se a Equação (7)

$$K = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (6)$$

$$K_{IC} = Y\sigma_c\sqrt{\pi a} \quad (7)$$

A tenacidade à fratura é a dificuldade que uma trinca tem em percorrer um material, de modo que quanto maior for o seu valor, melhor será a resistência do material à propagação instável de uma trinca. Portanto, está totalmente relacionada à tensão aplicada no corpo de prova e àquela gerada na ponta de uma trinca, como visto anteriormente. A grande importância em se determinar o valor de K_{IC} para um material é de conseguirmos prever a capacidade de o material suportar ou não uma carga sem o risco de sofrer uma fratura frágil, e para identificarmos a máxima tensão aceita por um material antes de se fraturar.

Os materiais cerâmicos geralmente possuem valores muito inferiores de tenacidade à fratura que os metais (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018; BARSOUM, 2019). Esse fenômeno ocorre principalmente pela população de defeitos naturalmente existentes nas cerâmicas, como já explicado anteriormente. Além disso, um fator que torna esses materiais susceptíveis à propagação de trincas é a falta de sistemas de deslizamento de discordâncias à temperatura

ambiente, os quais são fundamentais para a deformação plástica dos materiais, segundo Groves e Kelly (1963). Não só uma quantidade mínima de sistemas de deslocamento de discordâncias deve estar presente como, em materiais policristalinos, o efeito de transmissão das discordâncias através dos contornos de grão deve ser possível, evitando-se o empilhamento de linhas de discordância no contorno de grão, o que pode levar à fratura do material (SHEN; WAGONER; CLARK, 1988; (OKAFOR et al., 2024).

Segundo Porz et al. (2023), os materiais cerâmicos também possuem uma baixa densidade de discordâncias, o que afeta a plasticidade dos mesmos. Assim, uma forma de se adicionar discordâncias e ativar seus sistemas de deslizamento é através do aumento de temperatura e de deformações em altas temperaturas (WANG; KARATO; FUJINO, 1993; OTSUKA; OTSUKA, 2003; TAERI et al., 2004).

Existem outros estudos, ainda, que buscam diferentes formas de aumentar a tenacidade à fratura dos materiais cerâmicos, como estudado por Campos-Quirós et al. (2025), em que a segregação de espécies como o cálcio (Ca) e ítrio (Y) nos contornos de grão de um espinélio ($MgAl_2O_4$) policristalino demonstrou um aumento de K_{IC} , pois as trincas sofriam maior deflexão, gastando mais energia para sua propagação. Também, o trabalho de Cao et al. (2013) mostrou um efeito semelhante, porém com a segregação de itérbio (Yb), havendo um aumento de 30% na tenacidade à fratura do espinélio.

Apesar de novas rotas de aumento da tenacidade à fratura estarem sendo estudados, existem alguns mecanismos já bem conhecidos, como o de deflexão de trincas pela inclusão de fases com maior módulo de elasticidade; a inserção de tensões residuais contrárias à tensão aplicada no material, de modo que essas possam se neutralizar; utilização da transformação de fase da zircônia (ZrO_2) de tetragonal para a monoclínica, com aumento volumétrico e fechamento da trinca, dentre outros métodos conhecidos (CALLISTER JR.; RETHWISCH, 2018; BARSOUM, 2019). De qualquer modo, é nítida a importância em haver uma forma de medição da tenacidade à fratura nos materiais, principalmente, nas cerâmicas.

2.3 Medição da tenacidade à fratura em cerâmicas

Existe uma série de metodologias que podem ser utilizadas para a determinação do K_{IC} de um material cerâmico. Porém, apenas algumas delas estão

prescritas por normas, como a ASTM C1421-18(2025), que descreve as metodologias necessárias para a medição da tenacidade à fratura através de três métodos: *Precracked Beam Method*; *Surface Crack in Flexure Method* e *Chevron-Notched Beam Method*. Todos esses são métodos em que um corpo de prova em forma de paralelepípedo possui uma trinca ou entalhe e é submetido a um ensaio de flexão de 3 ou 4 pontos. Outra terminologia comumente utilizada para esses ensaios é: *Single-Edge Precracked Beam* (SEPB); *Surface Crack in Flexure* (SCF); e *Chevron-Notch in Bending* (CNB), as quais serão utilizadas daqui em diante.

Existem outros métodos que nunca foram profundamente estudados ou não levados em consideração para inclusão na ASTM C1421-99 (primeira versão da norma C1421 sobre medição de tenacidade à fratura em cerâmicas), como o *Single Edge Notched Beam* (SENB), o *Indentation Strength in Bending* (ISB), *Vickers Indentation Fracture* (VIF), o *Double Cantilever Beam* (DCB) e o *Single Edge V-Notched Beam* (SEVNB). Isso, pois ou os resultados obtidos eram inconsistentes com outros métodos realizados, ou eles sofriam muito com efeitos da preparação de amostra, seja por haver um entalhe muito espesso ou por não obter uma trinca com dimensões bem definidas (BAR-ON; QUINN; SALEM; JENKINS, 2002).

Durante a criação da norma ASTM C1421-99, foi percebido que dois fenômenos afetavam muito os resultados de tenacidade à fratura, sendo eles o crescimento subcrítico de trinca (SCG) e o comportamento de curva R crescente em materiais com efeito de tenacificação (BAR-ON; QUINN; SALEM; JENKINS, 2002). O SCG pode afetar o tamanho inicial da trinca gerada no material antes do ensaio de flexão, podendo ocasionar erros nos resultados. Já para materiais com comportamento típico de curva R crescente os resultados observados para os métodos utilizados não eram muito consistentes. Dessa forma,

Foi decidido que a nova norma deve focar nos materiais [...] que apresentem curva-R desprezível (sem dependência da tenacidade em relação ao tamanho da trinca) e crescimento subcrítico de trinca (SCG) também desprezível. Ainda assim, a norma deverá incluir dispositivos para, pelo menos, identificar comportamentos de SCG ou curva-R crescente (BAR-ON; QUINN; SALEM; JENKINS, 2002).¹

Portanto, é possível notar algumas limitações nesses métodos, tendo em vista que todos partem de uma trinca previamente criada no corpo de prova, a qual

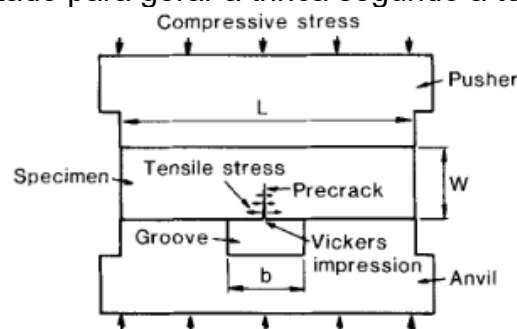
¹ It was decided that the new standard should focus on materials [...] that have negligible R-curve (no dependence of toughness on crack size) and negligible SCG. Nonetheless, the standard should incorporate provisions to at least detect SCG or R-curve behavior.

está sujeita aos efeitos citados anteriormente, assim como pode gerar diferentes resultados de acordo com o próprio tamanho inicial dela.

No modelo de ensaio SEPB, a trinca é realizada na amostra através da técnica de *bridge-loading*, descrita por Nose e Fujii (1988). Nele, uma amostra de dimensões 18 x 4 x 3 mm teve suas superfícies polidas, com o intuito de evitar a propagação de trincas superficiais pré-existentes. Depois, um indentador Vickers foi disposto no centro de uma das superfícies da amostra, sendo que sua função é de iniciar uma trinca no material. Assim, uma carga de compressão é aplicada no aparato, assim como mostrado na Figura 5, até que um sensor sônico detecte o barulho do início da trinca no corpo de prova. O tamanho da trinca inicial pode ser variado de acordo com a carga aplicada. Porém, a trinca deve possuir uma espessura máxima de 0,1 mm (BAR-ON; QUINN; SALEM; JENKINS, 2002; ASTM C1421-18(2025)).

Após isso, o corpo de prova pode ser levado a um equipamento de ensaio de 3 ou 4 pontos, em que uma carga deverá ser aplicada até que haja fratura do material. Então, o valor da tenacidade à fratura é obtido pela carga aplicada para fratura do material, as dimensões do corpo de prova e pelo tamanho inicial da trinca. Os problemas dessa técnica são a dificuldade em garantir uma espessura máxima de 0,1 mm da pré-trinca gerada. Além do mais, é necessária a construção do aparato para criação dessa trinca inicial, garantindo que as partes estejam totalmente paralelas, retas e que o material tenha alta dureza, como o Si_3N_4 (NOSE; FUJII, 1988).

Figura 5: Aparato utilizado para gerar a trinca segundo a técnica de *bridge-loading*.



Fonte: Nose e Jukii (1988).

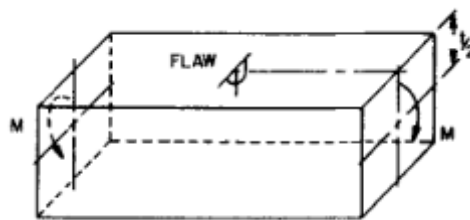
Já no caso do método SCF, um indentador Knoop é utilizado para gerar uma pré-trinca no lugar de um indentador Vickers (VASUDEVAN; PETROVIC; JACOBSON, 1975; PETROVIC; JACOBSON, 1976). Posteriormente, a tensão

residual e a indentação devem ser eliminadas através do polimento da superfície indentada, seguindo com o corpo de prova para um ensaio de flexão em 3 ou 4 pontos. As mesmas medidas utilizadas no SEPB aqui também servem para calcular o valor de K_{IC} da cerâmica.

Uma das dificuldades desse método é a análise do tamanho inicial da trinca, tendo em vista que isso deve ser feito por fractografia do material. Também, o método tende a falhar em cerâmicas não tão duras ou muito tenazes (BAR-ON; QUINN; SALEM; JENKINS, 2002; ASTM C1421-18(2025)). Foi demonstrado por Petrovic et al. (1976) que a presença de tensões residuais advindas da indentação reduzem os valores de K_{IC} para as cerâmicas testadas, sendo necessário o polimento da amostra com o objetivo de aliviar esse efeito.

Uma ilustração do corpo de prova com a trinca gerada pela indentação Knoop pode ser visualizado na Figura 6.

Figura 6: Corpo de prova com a trinca gerada pela indentação Knoop.



Fonte: Vasudevan, Petrovic e Jacobson (1975).

Por fim, também é abordado pela ASTM C1421-18(2025) o método CNB, em que. O ensaio é realizado também em uma máquina de flexão de 3 ou 4 pontos, de modo que uma trinca estável deve crescer no corpo de prova enquanto o ensaio está em andamento. O valor de tenacidade à fratura é medido pela força máxima realizada no ensaio de flexão, de modo que não há necessidade de medição do comprimento da trinca (ASTM C1421-18(2025)).

Uma desvantagem desse método é por existir uma dificuldade em garantir que o crescimento da trinca será estável. Além disso, a criação de um entalhe pode fazer com que tensões residuais permaneçam no material, não gerando um resultado totalmente confiável. Por outro lado, a não criação de uma trinca com dimensões características, como nos dois métodos anteriores, é um facilitador, tendo em vista que um entalhe deve ser criado no lugar de uma trinca.

A Figura 7 mostra uma serra diamantada utilizada para realizar o entalhe.

Figura 7: Aparato necessário para realizar o entalhe no corpo de prova cerâmico.



Fonte: Kailer e Stephan (2016).

Portanto, essas metodologias estão fortemente baseadas em teorias de mecânica da fratura, além do fato de que estão presentes em normas técnicas, que padronizam as formas de medições. No entanto, Cesar et al. (2017) também identificou desvantagens presentes em cada um dos métodos anteriormente citados. Assim, além das já citadas neste texto, existe o fato de essas metodologias necessitarem de uma maior quantidade de aparatos (máquina de ensaio de flexão, indentador Vicker ou Knoop, serra diamantada com dimensões específicas, aparato para criação de trincas etc.) para que os testes possam ser realizados. Existe a problemática, também, de que o corpo de prova necessita de dimensões e características específicas, não sendo possível realizar os ensaios em corpos de prova com pequenas dimensões e nem outras formas geométricas além da paralelepípedica.

2.4 Método de indentação Vickers

Os estudos sobre o surgimento de trincas advindas de uma indentação se iniciaram com a identificação de Heinrich Rudolf Hertz. Indentações com uma esfera de raio r eram feitas em um material frágil, como uma cerâmica, utilizando-se uma carga P . A carga era aumentada até que uma formação cônica de trincas era observada com uma carga P_c crítica. Além disso, foi observado que P_c é proporcional ao raio da esfera indentada (FRANK; LAWN, 1967).

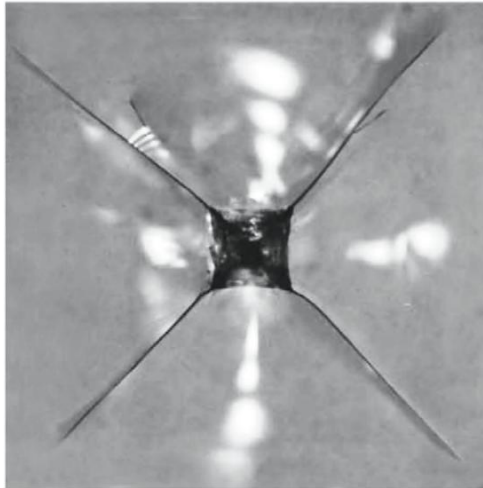
No entanto, as formas de indentadores mais utilizadas são as piramidais com quatro lados (Vickers, Knoop) ou três lados (Berkovich), exatamente por

facilitarem a análise e medições das trincas, que podem ser visualizadas na superfície do material e crescem radialmente partindo do local de indentação (LAWN; COOK, 2012). O método mais utilizado continua sendo o de indentação Vickers, sendo que os primeiros estudos foram feitos por Palmqvist (PALMQVIST, 1957; PALMQVIST, 1962; PALMQVIST, 1963), e um dos potenciais dessa técnica, senão o maior deles, é a simplicidade do teste, além do fato de que o mesmo pode ser realizado em um corpo de prova de geometria complexa, diferentemente dos métodos tradicionais.

Ainda não existe uma norma que dite os padrões a serem utilizados para a realização de ensaios de tenacidade à fratura medida por indentação. Porém, existe um consenso de como deve ser a preparação de tais amostras e como o ensaio deve ser realizado. Para isso, basta um corpo de prova (com quaisquer dimensões) que possa ser embutido e ter uma de suas superfícies lixada e polida com uma solução de diamante de 1 μm . Essa etapa é fundamental para que a superfície tenha uma rugosidade menor possível, garantindo que a indentação possa ser visualizada. Também, é importante para liberar possíveis tensões residuais na superfície da amostra, retirando também pequenas trincas que venham a afetar o ensaio (RELIAS; NGAI, 2018).

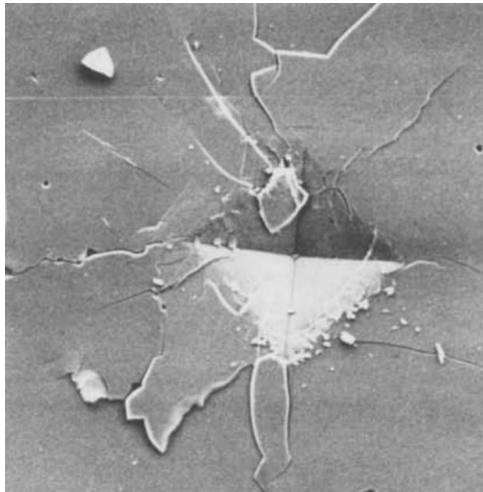
Após isso, a amostra deve ser indentada em um durômetro, de preferência com indentador de diamante Vickers, pois ele possui uma maior profundidade de perfuração no corpo de prova, facilitando o aparecimento das trincas. A escolha da carga a ser utilizada deve ser feita de modo que as trincas sejam aparentes e com tamanhos os mais próximos possíveis, sendo que devem ser apenas quatro trincas retas, uma saindo de cada vértice da indentação. Um exemplo ideal de indentação pode ser visto na Figura 8, cuja indentação é totalmente simétrica, demonstrando que a amostras possuía suas faces paralelas, além de emanarem da indentação apenas 4 trincas retas, sem a existência de mais trincas ao redor do material, ou ainda de arrancamento de parte da microestrutura. Já a Figura 9 apresenta uma indentação que não deve ser utilizada nas medições, pois apresenta diversas trincas irregulares, demonstrando que parte da energia foi liberada em mais trincas que não serão contabilizadas nas equações para medição do valor de K_{Ic} .

Figura 8: Indentação ideal realizada em um corpo de prova cerâmico.



Fonte: Marshall et al. (2015).

Figura 9: Indentação não-ideal realizada em um corpo de prova cerâmico.

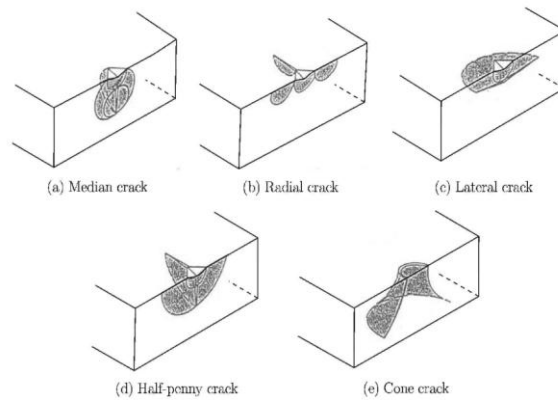


Fonte: Anstis, Chantikul, Lawn e Marshall (1981).

É importante notar que existe a norma ASTM C1327-15(2024), a qual parametriza uma metodologia para determinação da dureza Vickers em materiais cerâmicos avançados. Assim, o valor de dureza do material pode ser obtido pela realização do ensaio como demonstrado pela norma.

Feitas as indentações, é preciso utilizar um microscópio óptico ou um microscópio eletrônico de varredura, com o intuito de visualizar as indentações e realizar a medição dos comprimentos das trincas formadas. Porém, é necessário conhecer qual o padrão de trincas formado em cada tipo de material, sendo que os mais comuns são: mediano; radial (ou de Palmqvist); lateral; *Half-penny* e trincas em cone. Esses padrões podem ser visualizados na Figura 10.

Figura 10: Padrões de trincas formadas abaixo da indentação.



Fonte: Feng e Zhang (2015).

Para essa determinação, o ideal seria a realização de um corte da amostra para visualização do tipo de trinca formado. Porém, esse é um trabalho muito difícil, se tornando praticamente impossível realizá-lo, principalmente com um número grande de indentações. Com isso, foi criado um método para identificar qual tipo de padrão de trincas se formou abaixo da indentação, de modo que medimos as dimensões c (distância do centro da indentação até o fim de uma das trincas) e a (distância do centro da indentação até um dos vértices da mesma), verificando se a relação c/a é maior que 2,5 ou não. Segundo Relias e Ngai (2018), quando $c/a > 2,5$, o tipo de trinca é o mediano, enquanto o padrão será o de Palmqvist quando $c/a < 2,5$. A Figura 11 mostra as dimensões e características das indentações e modelos de trincas formados. Essa determinação demonstra quais sistemas de equações são mais adequados para o cálculo, tendo em vista que existem diversas equações podem ser utilizadas. As equações mais utilizadas são as mostradas por Relias e Ngai (2018), e estão sumarizadas na Tabela 1, sendo que E é o módulo de Young, H a dureza, P a força de indentação, l a média do comprimento apenas da trinca, c a média do comprimento da trinca mais metade da diagonal da indentação e ν é o coeficiente de Poisson.

Figura 11: Características e dimensões dos modelos Mediano e Radial (Palmqvist) de trincas formado abaixo da indentação Vickers.

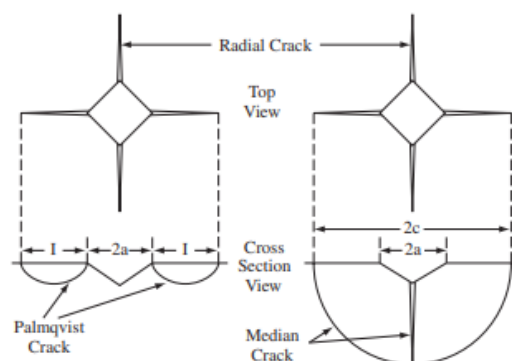


Figure 1. Crack formation by Vickers indentation.

Fonte: Strecker, Ribeiro e Hoffmann (2005).

Tabela 1: Equações mais utilizadas para determinação do valor de K_{IC} em materiais cerâmicos.

Equações para o sistema de trincas de Palmqvist (radial)		
Equação de Shetty	$K_{IC} = 0,04285 \frac{1}{(1 - \nu^2)} (HP/l)^{1/2}$	(8)
Equação de Niihara	$K_{IC} = 0,0123 (E/H)^{2/5} (HP/l)^{1/2}$	(9)
Equações para o sistema de trinca Mediano		
Equação de Anstis	$K_{IC} = 0,016 (E/H)^{1/2} (P/c^{3/2})$	(10)
Equação de Niihara	$K_{IC} = 0,0309 (E/H)^{2/5} (P/c^{3/2})$	(11)
Equação de Myoshi	$K_{IC} = 0,018 (E/H)^{1/2} (P/c^{3/2})$	(12)

Fonte: Adaptado de Relias e Ngai (2018).

Por fim, é importante ressaltar que as equações também necessitam do conhecimento do módulo de elasticidade do material, o qual pode ser obtido de acordo com o método de preferência do usuário. Feitas todas as medições necessárias, basta utilizar a equação mais adequada, obtendo o valor de K_{IC} do material.

2.5 Vantagens e desvantagens do método de indentação Vickers

As desvantagens do método de medição da tenacidade à fratura por indentação são principalmente descritos por Quinn e Bradt (2007), em um artigo que resumiu diversas críticas à metodologia. Uma das principais está no fato de existirem muitas equações possíveis para o cálculo do K_{IC} , de forma que, muitas vezes, uma constante de calibração é utilizada para que os valores se adequem

mais para um tipo específico de material. Assim, a não existência de um consenso sobre qual a melhor equação é um ponto de crítica. E mais, os autores desse artigo também citam o ponto de que as equações existentes não são baseadas na teoria da mecânica da fratura, mas são obtidas de forma empírica.

Existe ainda o fato de que os métodos que usam indentações piramidais (Vickers e Knoop) possuem um campo de tensões abaixo do indentador muito mais complexo, dificultando a criação de modelos de propagação de trincas (Feng e Zhang (2015)). Sendo assim, existe a necessidade de mais estudos para se definir quais as melhores equações a serem utilizadas para cada material, além de uma padronização do método dentro de uma norma.

Posteriormente, o artigo de Marshall et al. (2015) busca desfazer diversas das críticas feitas ao método, citando o fato de que as equações são baseadas na teoria energética de mecânica da fratura de Griffith-Irwin. Ainda, levantam o ponto de que uma única equação para determinar o valor de tenacidade à fratura de diferentes materiais pode não ser o mais adequado, tendo em vista fatores que já foram citados anteriormente neste texto, como o efeito de SCG e curva R crescente.

Os pontos positivos estão principalmente relacionados à facilidade do método com relação aos outros e versatilidade, pois é possível realizá-lo em diferentes tipos de amostras com geometrias não bem definidas. Outro potencial é o fato de a microindentaç o (e a nanoindentaç o) nos permitir visualizar as intera oes da trinca com a microestrutura do material, como com fases secund rias, contornos de gr o e interfaces, por exemplo (BECHER et al., 1996; MORGAN; MARSHALL, 1995). O m todo de indentaç o Vickers possui a vantagem de ser um dos  nicos testes dispon veis para materiais com pequenas dimens es, principalmente aquele microeletr nicos e sistemas micromec nicos, os quais podem ter propriedades diferentes com maiores dimens es (COOK et al., 2015).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Amostras iniciais

Primeiramente, algumas amostras de alumina (Al_2O_3), espinélio (MgAl_2O_4), magnésia (MgO) e zircônia (ZrO_2) foram utilizadas para teste e análise da metodologia de preparação das mesmas e de indentação. Tendo em vista que essas amostras vinham de pedaços de cacinhos fora de utilização, foi necessário o corte delas para que tivessem uma dimensão e superfícies ideais para posterior embutimento e polimento da superfície.

Assim, as amostras foram cortadas em uma serra de fio diamantado e podem ser visualizadas após o corte na Figura 12. Os cortes foram feitos de modo a garantir uma espessura mínima de 1 mm, permitindo que elas ainda pudessem ser lixadas e polidas, tendo, ao final, pelo menos 0,5 mm, como exigido pela ASTM C1327-15(2024).

Figura 12: Amostras após corte em serra de fio diamantado.

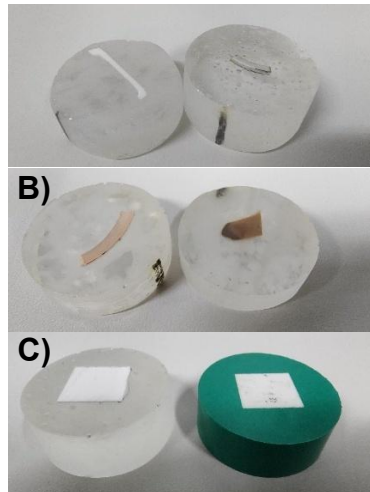


Fonte: A autoria própria.

Posteriormente, essas amostras foram embutidas a frio, em resina epóxi. Também foi realizado o embutimento a quente em baquelite de uma das amostras de alumina, com o objetivo de se comparar os métodos de embutimento. A Figura 13 mostra um exemplo dos corpos de prova embutidos. O embutimento a frio foi realizado com uma mistura de epóxi com um endurecedor, a qual foi despejada sobre a amostra dentro de um molde, com tempo de cura de 12h. Já o embutimento a quente foi feito com o auxílio de uma embutidora a quente com aplicação de pressão.

Figura 13: Corpos de prova embutidos a frio (moldes transparentes) e a quente (molde verde). A) Amostras de Al_2O_3 (à esquerda) e MgAl_2O_4 (à direita); B) Amostras de ZrO_2 (à esquerda) e MgO (à direita) e C) Amostras de Al_2O_3 .

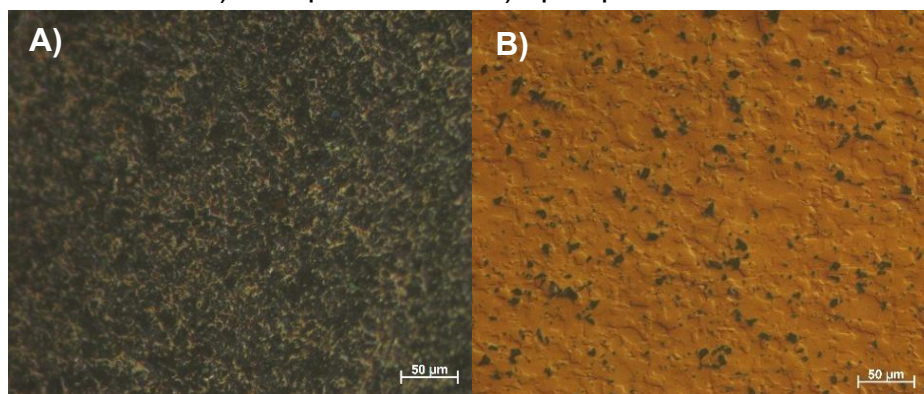
A)



Fonte: A autoria própria.

A próxima etapa foi utilizar uma politriz de bancada para lixar e polir a superfície exposta das amostras. Uma série de lixas (de granulometria mais grosseira para a mais fina) foi utilizada para retirar riscos superficiais das amostras, seguido de um polimento com soluções de $3\ \mu\text{m}$ e $1\ \mu\text{m}$ de diamante, finalizando com uma solução coloidal de sílica. Isso foi feito com o auxílio de um microscópio óptico, para verificar o avanço da microestrutura conforme o processo estava em andamento. A Figura 14 mostra um exemplo de microestrutura da alumina, até atingir-se uma rugosidade em que os grãos da microestrutura fossem revelados.

Figura 14: Imagens de microscopia óptica da superfície de uma amostra de alumina: A) sem polimento e B) após polimento.



Fonte: A autoria própria.

Após a preparação da superfície das cerâmicas, elas foram desembutidas, pois o material utilizado para embutimento possui dureza e módulo de elasticidade muito inferiores aos das amostras, sendo que esse fato interferiria na indentação. As que estavam embutidas a frio foram aquecidas, até amolecimento do molde, permitindo a retirada do corpo de prova. Já a amostra de alumina que foi embutida

em baquelite necessitou que vários cortes fossem feitos no molde para que ela pudesse ser retirada, tendo em vista que o material para embutimento a quente é um termofixo e não pode ser amolecido posteriormente.

Um paquímetro foi utilizado para realizar a medição de espessura dos corpos de prova após polimento, garantindo que todas possuíssem pelo menos 0,5 mm. Com isso confirmado, foi utilizado um durômetro automatizado com indentador Vickers de diamante, conforme especificações da norma ASTM C1327-15(2024). Foram testadas algumas cargas a fim de verificar quais eram necessárias para formar as trincas, garantindo que não estivesse sendo utilizada uma carga excessiva. Para tanto, as cargas de 10 kg e 5 kg foram testadas em todas as amostras. Algumas cargas inferiores foram testadas em amostras de alumina, bem como uma amostra sem preparação superficial também foi indentada, para que se pudesse perceber a interferência do polimento nos resultados.

Feitas as indentações nas amostras, elas foram verificadas em microscopia óptica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para a segunda, foi necessário o recobrimento das amostras com camadas de 12 nm de carbono e ouro, devido à superfície não condutora de eletricidade das cerâmicas. As duas análises foram feitas para se verificar qual poderia ser a melhor forma e caracterização de visualização das indentações e suas trincas, permitindo uma maior precisão nas medidas. As medições foram feitas com o auxílio *software ImageJ*.

3.1 Amostras finais

Após os testes iniciais, foram preparadas 3 composições, sendo uma delas com alumina pura (C1), outra com ítria (Y_2O_3) dopada com 15%-mol de zircônia (ZrO_2) (C2) e a última com ítria pura (C3). A preparação da amostra de alumina pura foi feita utilizando-se um pó de alumina com ligante polivinil butiral (PVB). Dessa forma, foram pesados 10 g de alumina, que foi peneirado e secado em estufa a 100°C.

As composições com ítria passaram pelo mesmo processamento, em que primeiramente foram pesadas as quantidades necessárias para garantir 10 g de ítria pura para a composição C3 e 10 g de ítria dopada com 15%-mol de zircônia para a composição C2. Em ambos os casos os pós após serem pesados foram transferidos para um jarro de zircônia com esferas também de zircônia, e foram moídos por 3

horas a 400 rpm em um moinho de bolas de alto desempenho, juntamente com cerca de 50 mL de etanol como solvente.

Após a moagem em separado das composições C2 e C3, o solvente foi secado em estufa a 100°C, de modo a se obter o pó seco, que foi peneirado e armazenado adequadamente. Parte desses pós das composições C2 e C3 foi reservada para a realização de análise de difração de raios-x (DRX).

Por fim, foi feita a prensagem de pastilhas com as composições C1, C2 e C3. Foi utilizado um molde cilíndrico com 12,7 mm de diâmetro, que foi preenchido com 0,4 g de pó para a produção de amostras que seriam posteriormente polidas e indentadas, enquanto outras pastilhas mais finas foram preparadas com cerca de 0,2 g de pó, as quais seriam posteriormente utilizadas para medição do módulo de elasticidade dos materiais. A priori, foi feita uma prensagem uniaxial em prensa hidráulica para compactar o pó no formato de pastilha e, posteriormente, elas foram prensadas isostaticamente com uma carga de 11 toneladas.

Realizada a prensagem das amostras, todas foram sinterizadas em forno de sinterização a ar convencional em 1650°C por 3 horas, com patamar de 1h a 500°C e velocidade de 5°/min. Após sinterização, foram realizadas medições de densidade pelo método de Arquimedes em uma balança hidrostática das composições C1, C2 e C3. Por fim, as amostras mais espessas (com espessura superior a 1 mm) foram embutidas a frio para realização da preparação da superfície a ser indentada, que foi realizada conforme descrito anteriormente. Também foram produzidas amostras para medição do módulo de Young.

Feito o polimento e desembutimento das amostras, elas foram levadas para a realização das indentações. Foi observado que a melhor carga para as amostras C2 e C3 era de 0,1 kg, enquanto para a amostra de alumina foram feitas indentações com cargas de 5 kg e 10 kg. O procedimento de indentação foi realizado da mesma forma que descrito anteriormente. Um total de 25 indentações foram realizadas para cada um dos corpos de prova, com o intuito de garantir uma boa quantidade de indentações ideais.

Por fim, o microscópio óptico foi utilizado para fazer as imagens de cada uma das indentações, as quais foram posteriormente analisadas com o uso do *software* ImageJ. As medidas de dureza também foram realizadas com as mesmas indentações, tendo em vista que as trincas não afetam diretamente o resultado,

como mostrado na norma ASTM C1421-18(2025).

O módulo de elasticidade das amostras C2 e C3 foi feito no laboratório BioMet-CAM na UFSCar, com o uso do equipamento Sonelastic® HZ. Foram feitas 15 medições para cada uma das amostras cilíndricas, tendo em vista que elas possuíam as dimensões necessárias segundo o fabricante do equipamento, ou seja, com relação diâmetro por espessura maior que 10.

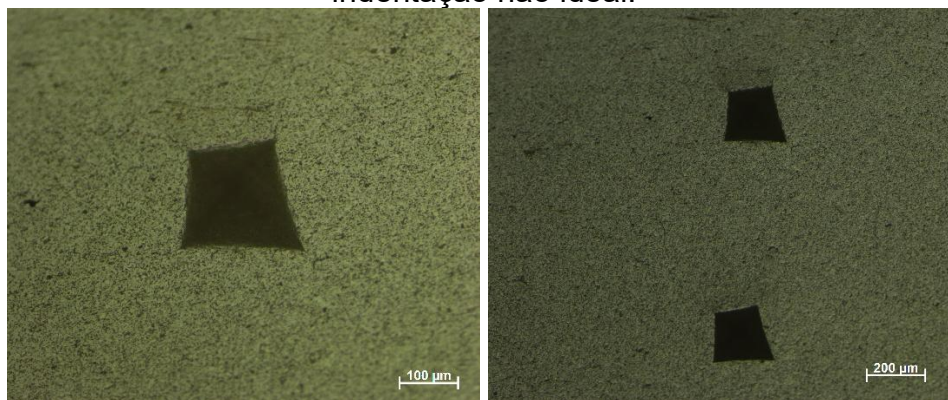
Vale ressaltar que toda a pesquisa foi realizada em laboratórios do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM), principalmente no Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano).

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Resultados obtidos para as amostras iniciais

As primeiras amostras utilizadas para testes iniciais (de Al_2O_3 , MgAl_2O_4 , MgO e ZrO_2) permitiram concluir que uma espessura mínima de 1 mm do corpo de prova anteriormente à etapa de polimento era necessária, tendo em vista que o desbaste das amostras, dependendo da dureza do material, pode chegar a cerca de 0,4 mm. Sendo assim, é importante garantir uma amostra com pelo menos 0,5 mm de espessura após o polimento, evitando que o corpo de prova venha a fratura com facilidade durante a indentação. Também, foi notado que pequenas variações de angulação entre as superfícies da amostra são capazes de gerar indentações não ideais, como mostrado na Figura 15. Assim, é fundamental que as superfícies estejam paralelas, tanto antes quanto depois da etapa de lixamento e polimento.

Figura 15: Amostra de ZrO_2 com superfícies não paralelas, demonstrando uma indentação não ideal.



Fonte: Autoria própria.

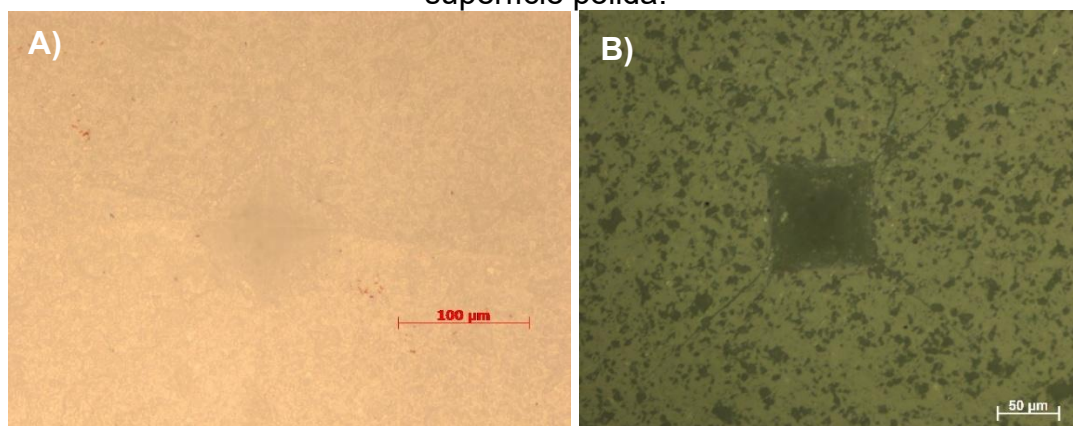
Com relação ao embutimento a quente da amostra de alumina, não foi percebido um grande ganho com relação à preparação superficial dela quando comparado ao embutimento a frio. Foi possível notar que a resina epóxi, devido à menor dureza, se desgasta muito mais fácil no processo de preparação superficial, além de aprisionar várias bolhas durante a cura, o que pode atrapalhar no processo. Porém, essas desvantagens podem ser solucionadas pelo usuário com um pouco de prática na técnica de lixamento e polimento, além de colocar o recipiente com a resina epóxi com o endurecedor por alguns minutos dentro de um banho ultrassônico, garantindo que as bolhas saiam.

O embutimento a quente possui a grande vantagem de ser rápido (processo de embutimento é realizado em cerca de 15 minutos). No entanto, a necessidade de

desembutir a amostra passa a ser um problema, tendo em vista que a baquelite precisa ser cortada em várias regiões para a retirada do corpo de prova. Isso pode gerar tensões e levar o material a se fraturar ou gerar pequenas fissuras, as quais afetarão o ensaio de tenacidade à fratura.

A preparação da superfície é um fator fundamental para a visualização das indentações. Alguns testes foram realizados em amostras não polidas de alumina e, posteriormente, em uma amostra do mesmo corpo de prova polido. O resultado pode ser visto na Figura 16, em que foi utilizada a configuração do microscópio óptico que melhor permitia a visualização das indentações. Na amostra à esquerda, sem preparação superficial, é possível perceber que a indentação fica pouco nítida, além de que as trincas dificilmente podem ser visualizadas. Já no corpo de prova após polimento, à direita, observa-se que a indentação possui alta nitidez, bem como suas trincas radiais.

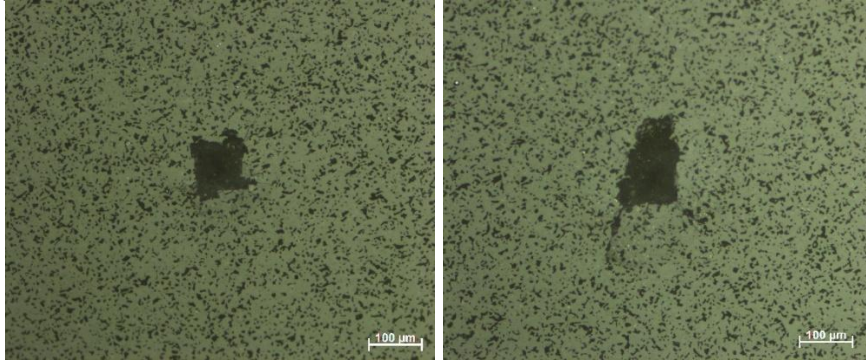
Figura 16: Amostras de Al_2O_3 : A) sem preparação de superfície e B) com a superfície polida.



Fonte: Autoria própria.

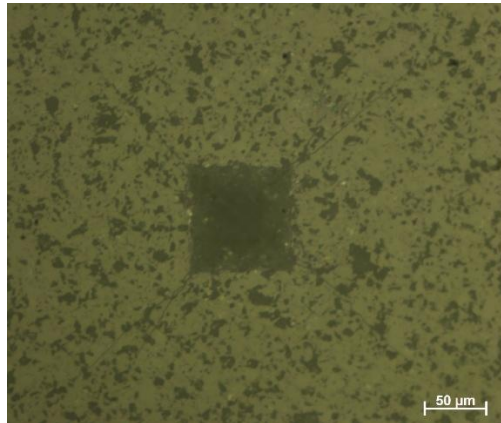
A determinação ideal da carga a ser utilizada para cada tipo de material também foi analisada. Foi notado que cargas de 10 kg eram muito superiores ao necessário para o espinélio, como pode ser observado na Figura 17. Observa-se que as indentações possuem parte da microestrutura quebrada devido à alta carga, além de apresentar mais que 4 trincas, sendo que nem todas são retas e não partem dos vértices da indentação. Já a Figura 18 mostra que a carga de 10 kg na amostra de alumina foi capaz de gerar uma indentação com bordas bem definidas e 4 trincas retas e radiais, todas saindo dos vértices da indentação.

Figura 17: Amostras de espinélio indentadas com 10 kg de carga.



Fonte: Autoria própria.

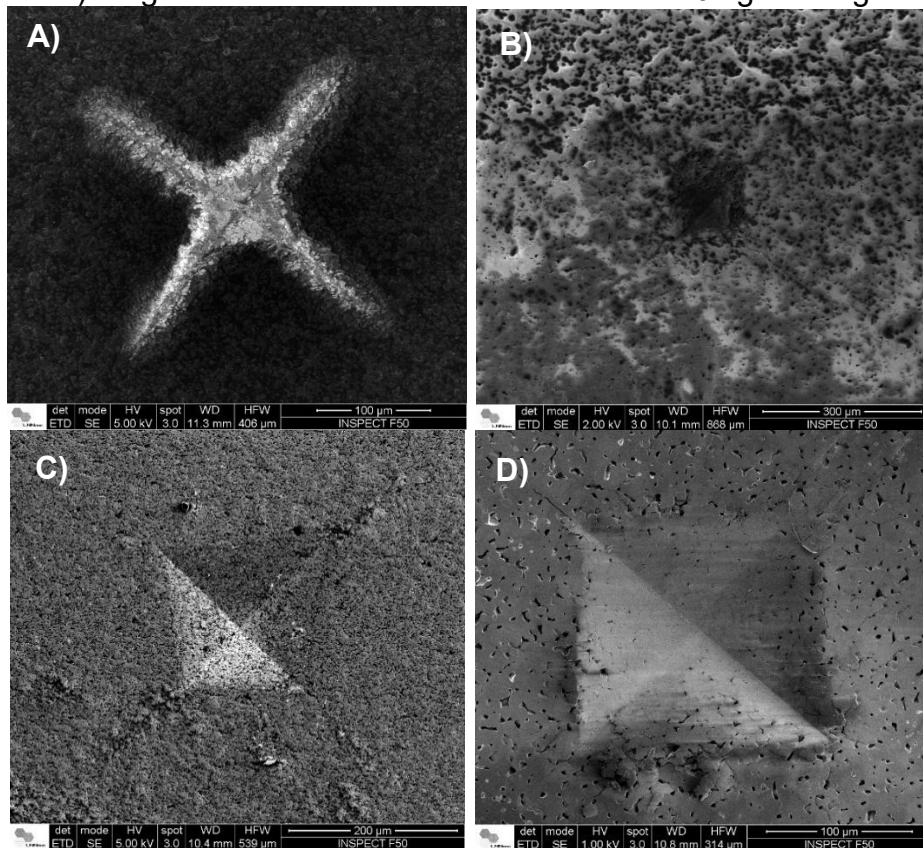
Figura 18: Amostra de alumina indentada com 10 kg de carga.



Fonte: Autoria própria.

Por fim, essas amostras iniciais foram visualizadas em MEV, para a realização de uma comparação com a qualidade daquelas obtidas por microscopia óptica. A princípio, tendo em vista o caráter isolante elétrico das amostras cerâmicas, foi feito um recobrimento da superfície com 12 nm de carbono. Além disso, foi feito o aterramento da superfície com uma fita de carbono. Mesmo assim, foi percebido que todas as amostras apresentaram acúmulo de carga elétrica devido à interação com o feixe de elétrons, gerando artefatos e distorções na imagem, o que impediu de visualizar as trincas e as bordas das indentações. A Figura 19 apresenta algumas das imagens.

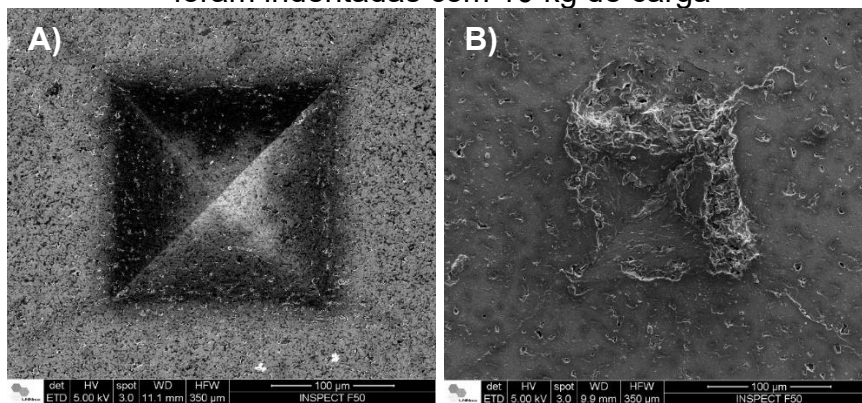
Figura 19: Imagens de MEV de amostras de: A) alumina, B) espinélio, C) zircônia e D) magnésia. Todas foram indentadas com 10 kg de carga



Fonte: Autoria própria.

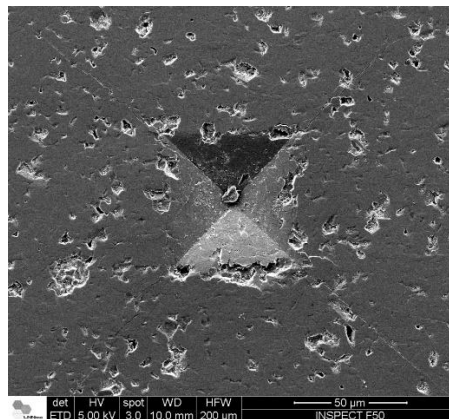
Posteriormente, um novo recobrimento com carbono foi realizado. Não havendo melhorias, foi feito um recobrimento com 10 nm de ouro. A Figura 20 apresenta alguns dos resultados. Foi possível notar melhoria com relação ao acúmulo de carga na superfície da magnésia, zircônia e espinélio, o qual passou a ocorrer com muito menos frequência ou apenas no interior de algumas indentações. Porém, ainda não foi possível visualizar com muita qualidade as indentações e suas trincas. Já a Figura 21 mostra a amostra de alumina, que respondeu melhor a esse efeito, gerando imagens mais nítidas e com possibilidade de visualização das trincas.

Figura 20: Imagens de MEV de amostras de: A) zircônia e B) espinélio. As amostras foram indentadas com 10 kg de carga



Fonte: Autoria própria.

Figura 21: Imagem de MEV da amostra de alumina indentada com carga de 10kg.



Fonte: Autoria própria.

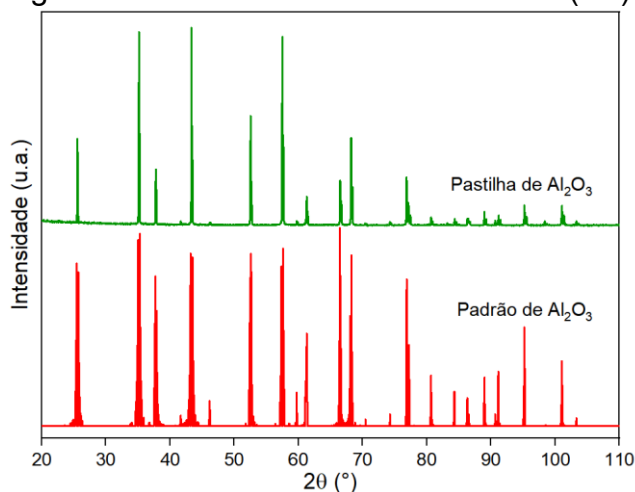
Dessa forma, é nítido que existe um ganho em resolução com a utilização da microscopia eletrônica de varredura quando comparada à óptica. Porém, nesse caso, os ganhos foram inferiores às dificuldades encontradas de carregamento das amostras. Sendo assim, é necessário que mais técnicas sejam aplicadas às amostras para garantir que os efeitos de carregamento não estejam presentes, podendo, com isso, ter um grande ganho de resolução principalmente das trincas, com medidas mais precisas de seus comprimentos.

4.2 Resultados obtidos para as amostras finais

Foi feita a preparação dos pós das amostras com composição C1, C2 e C3 (composições especificadas em Materiais e Métodos). Como havia interesse em verificar qual possível fase teria se formado nas composições C2 e C3, os pós das amostras e uma pastilha de cada (após sinterização a 1650°C por 3h) foram levados ao DRX. As Figuras 22 e 23 mostram os resultados obtidos para as composições

C1, C2 e C3.

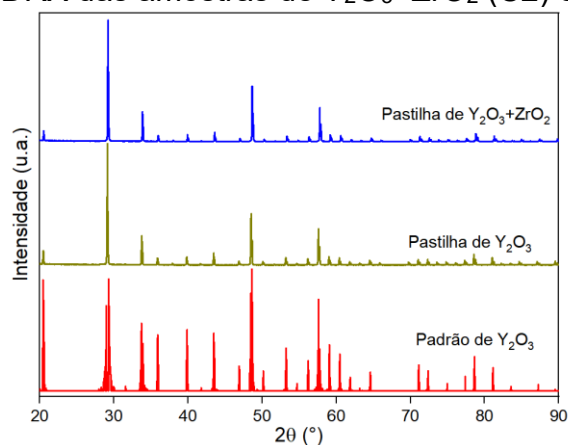
Figura 22: DRX da amostra de alumina (C1).



Fonte: Autoria própria.

Na Figura 22 é possível notar que a pastilha de alumina formou apresentou os mesmos picos do padrão de alumina obtido em (CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE (COD), 2025), de número 1000017. Alguns picos possuem intensidade um pouco diferentes do padrão, porém todos estão presentes nos mesmos ângulos.

Figura 23: DRX das amostras de Y₂O₃+ZrO₂ (C2) e Y₂O₃ (C3).



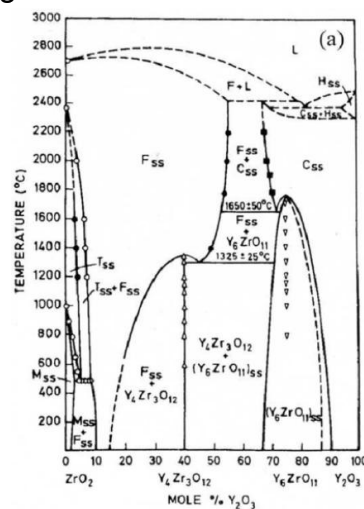
Fonte: Autoria própria.

Já a Figura 23 apresenta os espectros de DRX para as amostras C2 e C3, comparativamente ao padrão de Y₂O₃ número 1009015 (CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE (COD), 2025). Aqui, nota-se que tanto a amostra C2 quanto a C3 possuem os mesmos picos da ítria pura, aparentemente demonstrando que não houve formação de nenhuma nova fase durante a sinterização das pastilhas. A amostra C2, com 15%-mol de zircônia, provavelmente, apresenta uma estrutura de solução sólida, o que é comprovado pelo diagrama de fases mostrado na Figura 24, de modo que a difração de raios-x não apresenta grandes mudanças na posição

dos picos. Esses resultados são confirmados por Chernomoretts et al. (2025).

Ainda segundo o diagrama mostrado na Figura 24, existe a possibilidade de formação da fase Y_6ZrO_{11} para a composição C2. Mas, não foi possível encontrar um padrão de DRX disponível na literatura, não sendo possível realizar uma comparação. Existe a possibilidade, também, de que essa fase possua um padrão de DRX muito parecido com o da ítria pura, ou de que o sistema não tenha entrado em equilíbrio e, por esse motivo, não ter havido a formação dessa fase, fazendo com que a zircônia tenha entrado em solução sólida na estrutura da ítria.

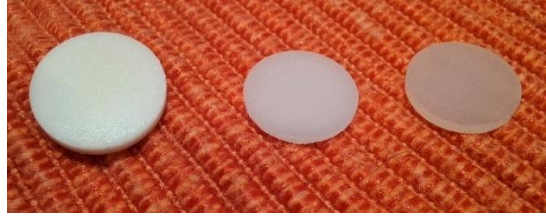
Figura 24: Diagrama de fases do sistema Y_2O_3 e ZrO_2 .



Fonte: Adaptado de Fedorov e Chernova (2023).

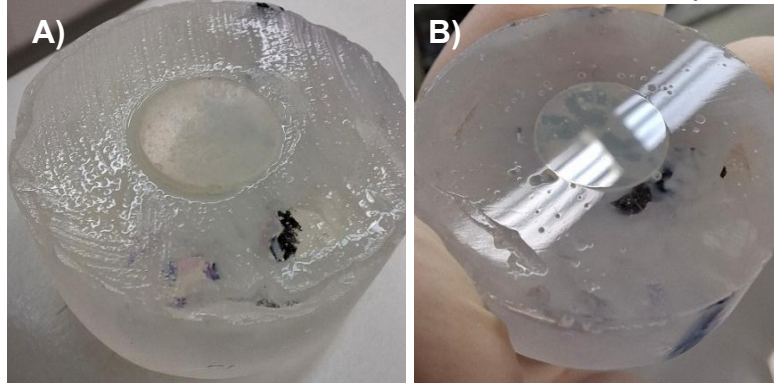
Foi possível obter pastilhas sinterizadas com sucesso, tanto de Al_2O_3 , quanto as com Y_2O_3 , com e sem ZrO_2 . A Figura 25 mostra as pastilhas após sinterização. Todas atingiram um alto valor de densidade aparente, que foi medido pelo método de Arquimedes. Os valores de densidade obtidos foram: 3,87 g/cm³ para a alumina; 5,18 g/cm³ para a ítria dopada com zircônia e 5,02 g/cm³ para a ítria pura. Conforme já citado anteriormente, essas amostras foram embutidas a frio e polidas até que a superfície de todas ficasse com a menor rugosidade possível. A comparação entre uma amostra de composição C2 antes e depois do polimento pode ser vista na Figura 26. É possível verificar como o polimento é importante para garantir, além de uma baixa rugosidade da superfície, uma maior translucidez e refletividade.

Figura 25: Amostras das composições C1, C3 e C2, respectivamente.



Fonte: Autoria própria.

Figura 26: Amostra da composição C2: A) anteriormente ao polimento superficial e B) posteriormente ao polimento de uma de suas superfícies.



Fonte: Autoria própria.

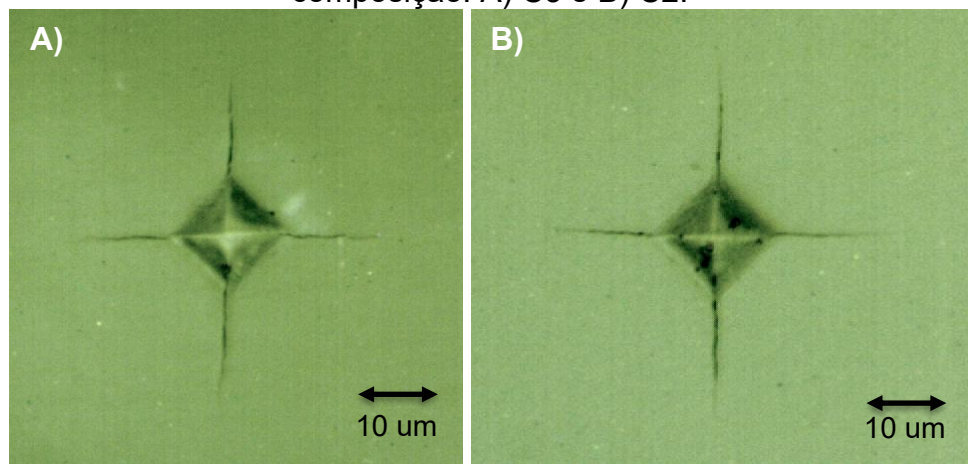
As medições de módulo de elasticidade foram realizadas apenas em amostras das composições C2 e C3, pois na amostra de alumina (composição C1), como será mostrado em breve, não foi possível gerar indentações com trincas, sendo impossível o cálculo de tenacidade à fratura pelo método de indentação. Sendo assim, foi feita a média aritmética de todas as 15 medidas de módulo de Young realizadas para as amostras C2 e C3, com resultados, respectivamente: 144,07 GPa e 143,52 GPa. Alguns trabalhos obtiveram valores diferentes de módulo elástico para as amostras com 15%-mol de zircônia (de cerca de 170 GPa) e ítria pura (e cerca de 140 GPa) (TURNBULL; HARRIS, 1989; YEHESEL; TEVET, 1999). Os resultados distintos podem estar associados aos diferentes métodos utilizados para medição. Mas, não foi percebida uma grande redução no valor para as amostras produzidas em laboratório.

Como citado, a amostra de alumina não foi capaz de apresentar indentações que pudessem ter suas medidas retiradas, pois ou não apresentavam trincas (com cargas inferiores a 5 kg) ou possuíam muitas quebras (com cargas acima de 5 kg), o que invalidava a medição. Não foram possíveis realizar medidas com cargas entre 5 kg e 10 kg devido à limitação do equipamento utilizado. Sendo assim, mais estudos devem ser feitos para avaliar se as indentações geravam algum tipo de trinca abaixo

da superfície, ou se a microestrutura formada nas condições de sinterização e prensagem feitas geraram esse fenômeno.

Já as amostras de composição C2 e C3, se quebraram quando cargas de 5 kg ou mais foram realizadas. Dessa forma, foi percebido que uma carga de 0,1 kg era suficiente para gerar indentações com trincas e boa definição. A Figura 27 mostra imagens de microscopia óptica de alguns exemplos de indentações ideais para as medições de tenacidade à fratura.

Figura 27: Imagens de indentações realizadas com carga de 0,1 kg em amostras da composição: A) C3 e B) C2.



Fonte: Autoria própria.

Foram utilizadas as 15 melhores indentações de cada uma das 25 realizadas em cada amostra (C2 e C3). Dessas foi possível obter uma série de dimensões das indentações e de suas trincas, sendo que para cada indentação foi feito o cálculo separadamente do valor de dureza e da tenacidade à fratura. Para tanto, foram utilizadas as Equações 9-12, sendo que a Equação 9 é utilizada para o sistema de trincas de Palmqvist, enquanto as Equações 10-12 são para o sistema mediano. Conforme calculado, a média da razão c/a para as indentações nas duas amostras ficou acima de 2,5, o que mostra que o sistema de trincas muito provavelmente é o mediano, e que as Equações a serem utilizadas devem ser as de 10-12. Para fins comparativos, também foi utilizada a Equação 13 para cálculo de tenacidade à fratura, pois ela foi empregada no artigo de Chernomorets et al. (2025), em que amostras de Y_2O_3 com diferentes composições de ZrO_2 foram analisadas, incluindo as concentrações de 15%-mol e 0%-mol (Y_2O_3 puro). Os resultados das médias de dureza, módulo de elasticidade e tenacidade à fratura obtidos estão sumarizados na Tabela 2.

$$K_{IC} = 0,000978 (E/H)^{1/2} (P/c^{3/2}) \quad (13)$$

Tabela 2: Resultados obtidos para as amostras C2 e C3.

Amostra	H (GPa)	E (GPa)	K _{IC} (MPa*m ^{1/2})				
			Eq. (9)	Eq. (10)	Eq. (11)	Eq. (12)	Eq. (13)
C2	12,2±0,4	144,1±0,2	0,0011±0,0001	0,78±0,03	1,17±0,05	0,88±0,03	0,048±0,002
C3	9,2±0,4	143,5±0,7	0,0011±0,0001	0,80±0,04	1,17±0,06	0,90±0,05	0,049±0,003

Fonte: Autoria própria.

Portanto, analisando-se os resultados, foi possível observar que as Equações 11 e 13 tiveram os valores mais baixos, o que está em total desacordo com a literatura, cujos valores obtidos estão próximos de 1,1 a 1,6 MPa*m^{1/2} (AN; ITO; GOTO, 2012; IROM; ZAKERI; HOSSEIN ZADEH, 2018; CHERNOMORETS et al. 2025). O uso da Equação 11 comprova que ela não representa bem o sistema de trincas que deve estar sendo formado abaixo da indentação, tendo em vista que essa é uma equação para o modelo de Palmqvist. Porém, o trabalho de Chernomoretts et al. (2025) apresentou resultados próximos aos da literatura mesmo com a utilização da Equação 13, sendo que em nenhum outro trabalho esse fator de correção de 0,000978 foi utilizado.

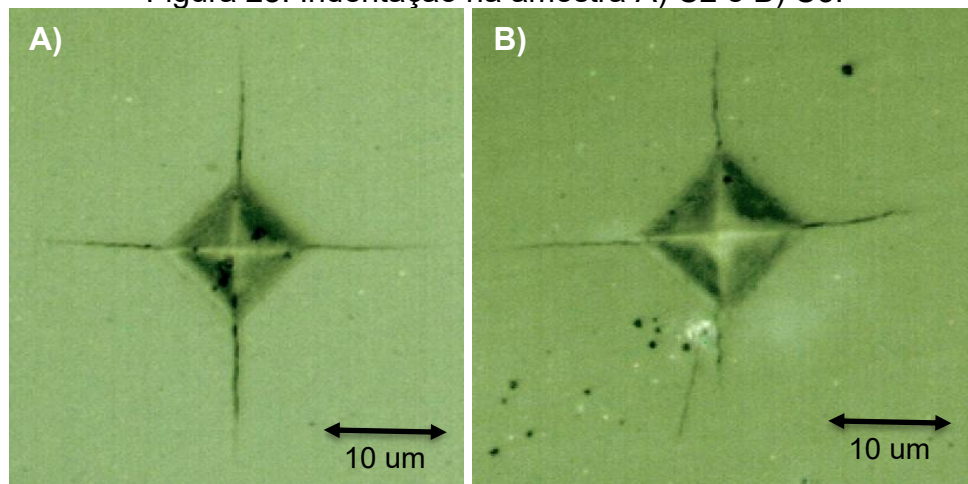
A Equação 9 foi a que apresentou os resultados mais próximos dos obtidos na literatura, demonstrando que a equação de Niihara, aparentemente, se mostra como a mais precisa para esse material. Já as Equações 10 e 12 apresentaram valores inferiores. Vale ressaltar que os valores de módulo de elasticidade obtidos para as amostras C2 e C3 também não estão em total acordo com a literatura, tendo em vista que são cerca de 20 a 30 GPa abaixo (TURNBULL; HARRIS, 1989; YEHESKEL; TEVET, 1999). Já os valores de dureza estão bem próximos dos mostrados em outros trabalhos (AN; ITO; GOTO, 2012; IROM; ZAKERI; HOSSEIN ZADEH, 2018; CHERNOMORETS et al. 2025). Com isso, é possível que os valores de módulo de elasticidade tenham afetado um pouco os resultados de tenacidade à fratura.

Outro ponto é o fato de o módulo de Young ter permanecido praticamente constante com diferentes concentrações de ZrO₂, enquanto o valor de dureza sofreu uma maior alteração. Os resultados de K_{IC}, para cada equação, também não sofreram um desvio tão expressivo, apesar de terem valores mais alterados de uma

equação para outra. Isso mostra que a incorporação de ZrO_2 , a princípio, não afetou a tenacidade à fratura do material. No entanto, foi exposto no trabalho de Chernomorets et al. (2025) que a incorporação de zircônia na matriz de ítria gera uma redução na tenacidade à fratura, o que foi explicado, segundo os autores, por uma possível segregação de ZrO_2 no contorno de grão, gerando redução no valor de K_{Ic} . Mesmo com a baixa variação nos valores de módulo de elasticidade, a influência da dureza e também dos comprimentos das trincas medidas geraram as variações percebidas nos valores de tenacidade à fratura.

Contudo, é importante notar que as indentações na amostra de composição C3 apresentou trincas mais tortuosas e, algumas vezes, mais do que 4 trincas. Com isso, uma maior energia foi gasta para a propagação da trinca até uma determinada distância, que mesmo que seja a mesma para a amostra C2, com trincas mais retas, teve um caminho mais longo a ser percorrido. Esse fator contribui para um aumento da tenacidade à fratura do material C3 com relação ao C2, mesmo que isso não tenha sido observado nos valores medidos, já que essa é uma deficiência do método de indentação Vickers para medição de K_{Ic} . A Figura 28 mostra um exemplo que foi bem visualizado na maioria das amostras C3, com trincas mais tortuosas, enquanto as amostras C2 apresentam trincas mais retas.

Figura 28: Indentação na amostra A) C2 e B) C3.



Fonte: Autoria própria.

Nesse caso, a visualização em MEV poderia ser uma ótima ferramenta para verificar com mais resolução as características das trincas formadas, observando-se, também, qual a interação que ocorre entre trinca e microestrutura em cada tipo de material. Portanto, um estudo mais aprofundado sobre esse fato nas amostras C2 e C3 pode ser realizado.

A visualização das amostras por microscopia óptica é fácil e rápida de ser realizada, sendo esse um grande ganho com relação ao MEV. No entanto, as indentações possuem uma menor resolução e, principalmente, suas trincas. Para cargas maiores, como 5 e 10 kg, o tamanho das indentações também aumenta, de forma que a visualização se torna mais clara, como no caso das amostras inicialmente testadas, de alumina, magnésia, espinélio e zircônia. Porém, para materiais que necessitam de indentações com cargas menores (de 1 kg para menos) as indentações possuem uma dimensão muito pequena, existindo uma maior dificuldade em obter boas imagens delas. Isso pôde ser observado nas amostras C2 e C3.

Uma desvantagem do método de indentação para medidas de tenacidade à fratura é que a não existência de um consenso sobre uma equação a ser utilizada faz com que dúvidas surjam sobre a veracidade ou não dos resultados quando se trata de um novo material, com poucos estudos realizados. Assim, é preciso sempre se basear na literatura existente para que uma maior confiança exista. Mesmo assim, o método pode ser facilmente utilizado de forma comparativa, como nesse trabalho, com diferentes composições e verificando-se quais as influências nas propriedades mecânicas.

5 CONCLUSÕES

A partir dos resultados experimentais, conclui-se polir as amostras até uma rugosidade superficial baixa é importante para que as indentações fiquem aparentes. Assim, é necessário que a etapa final do polimento ocorra com, no mínimo, uma suspensão de diamante com $1 \mu m$. Além disso, o método de indentação Vickers garante que qualquer geometria de amostra possa ser utilizada, como visto anteriormente, garantindo que o corpo de prova tenha uma espessura de, pelo menos, 0,5 mm e superfícies paralelas, pois o não cumprimento desse requisito criará indentações assimétricas. A comparação entre embutimento a frio e a quente gerou a percepção de que os ganhos associados ao molde de baquelite (embutimento a quente) são inferiores aos prejuízos (necessidade de quebrar o molde para desembutir a amostra, correndo risco de quebrá-la), mostrando que o embutimento a frio em resina epóxi se apresentou mais interessante.

Sendo assim, garantindo que as trincas sejam formadas nas amostras, como em C2 e C3, podemos verificar que o método é eficiente e rápido para medição de tenacidade à fratura em cerâmicas. No entanto, é preciso levar em consideração que as diferentes equações podem gerar resultados bem diferentes, sendo necessária uma análise mais aprofundada sobre qual deve estar gerando um resultado mais preciso. Além disso, outro fato importante a ser considerado é que esse método pode ser eficaz para amostras com microestrutura mais homogênea, sendo que amostras com microestrutura muito heterogênea (por exemplo, tamanho de partículas maiores) podem gerar um resultado não representativo do material como um todo.

Com relação à visualização das indentações, foi comparado o uso de um microscópio óptico com um microscópio eletrônico de varredura. O primeiro possui maior praticidade, pois as amostras não precisam passar por nenhum tipo de preparação, mas apresentou uma menor resolução das bordas das indentações e também das trincas. Já o MEV apresenta uma alta resolução, o que pode gerar maior precisão na medição do tamanho das trincas. Porém, foram notados vários problemas relacionados ao uso de materiais não condutores de eletricidade (cerâmicas), pois, mesmo com uma preparação superficial, não foi possível visualizar as indentações com muita qualidade. Assim, seria de grande interesse uma análise mais aprofundada sobre quais efeitos podem ter gerado essa

dificuldade na visualização.

Portanto, foi possível notar que o método é muito mais simples e prático do que os que utilizam uma pré-trinca ou entalhe. Porém, mais estudos devem ser realizados para verificar qual das equações seria a mais ideal para os materiais estudados nesse trabalho. De todo modo, o método pode ser utilizado de forma comparativa entre diferentes composições, verificando qual a influência no valor de K_{Ic} .

REFERÊNCIAS

- AN, L.; ITO, A.; GOTO, T. Transparent Y_2O_3 produced by spark plasma sintering at moderate temperature and pressure profiles. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 32, n. 5, p. 1035–1040, mai. 2012. DOI: 10.1016/j.jeurceramsoc.2011.11.023.
- ANDERSON, Ted L. *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*. 3. ed. Boca Raton: CRC Press, 2005.
- 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. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 64, n. 9, p. 533–538, set. 1981. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM C1327-15(2024): Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics. West Conshohocken: ASTM International, 2024.
- ASTM INTERNATIONAL. ASTM C1421-18 (2025): Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. West Conshohocken: ASTM International, 2025.
- BAR-ON, I.; QUINN, G. D.; SALEM, J. A.; JENKINS, M. J. Development of ASTM C 1421-99 Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics. In: ASTM STP 10594S: Symposium on Fracture Mechanics Standards for Advanced Ceramics, West Conshohocken: ASTM International, 2002.
- BARSOU, Michel W. *Fundamentals of Ceramics*. 2. ed. Boca Raton: CRC Press – Taylor & Francis Group, 2019. ISBN 978-1-4987-0813-5
- BECHER, P. F.; SUN, E. Y.; HSUEH, C.-H.; ALEXANDER, K. B.; HWANG, S.-L.; WATERS, S. B.; WESTMORELAND, C. G. Debonding of interfaces between beta-silicon nitride whiskers and Si–Al–Y oxynitride glasses. *Acta Materialia*, v. 44, n. 10, p. 3881–3893, out. 1996. DOI: 10.1016/S1359-6454(96)00069-9.
- BOWER, Allan F. Modeling Failure by Crack Growth – Linear Elastic Fracture Mechanics. In: *Applied Mechanics of Solids* [online]. 2008 (copyright; atualizado em 2012?). Disponível em: https://solidmechanics.org/Text/Chapter9_3/Chapter9_3.php. Acesso em: 26 jun. 2025.
- CALLISTER JR., William D.; RETHWISCH, David G. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 9. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2020.
- CAMPOS-QUIRÓS, A.; ZUGHBI, M.; KUNDU, A.; WATANABE, M. Correlation between grain-boundary segregation behavior of calcium and yttrium and enhanced fracture toughness in magnesium aluminate spinel. *Journal of Materials Science*, 2025. DOI: 10.1007/s10853-024-10171-z.
- CAO, W.; KUNDU, A.; YU, Z.; HARMER, M. P.; VINCI, R. P. Direct correlations

between fracture toughness and grain boundary segregation behavior in yttrium-doped magnesium aluminate spinel. *Scripta Materialia*, v. 69, n. 1, p. 81–84, jul. 2013. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.03.002.

CESAR, P. F.; DELLA BONA, A.; SCHERRER, S. S.; THOLEY, M.; VAN NOORT, R.; VICHI, A.; KELLY, R.; LOHBAUER, U. ADM guidance—Ceramics: Fracture toughness testing and method selection. *Dental Materials*, v. 33, n. 6, p. 575–584, jun. 2017. DOI: 10.1016/j.dental.2017.03.006.

CHEN, Zhuo; HUANG, Yong; KOUTNÁ, Nikola; GAO, Zecui; SANGIOVANNI, Davide G.; FELLNER, Simon; HABERFEHLNER, Georg; JIN, Shengli; MAYRHOFER, Paul H.; KOTHLEITNER, Gerald; ZHANG, Zaoli. Large mechanical properties enhancement in ceramics through vacancy-mediated unit cell disturbance. *Nature Communications*, v. 14, p. 8387, dez. 2023. DOI: 10.1038/s41467-023-44060-x.

CHERNOMORETS, D. G.; NEČINA, V.; GALIZIA, P.; YAVETSKIY, R. P.; HOSTAŠA, J. Y_2O_3 transparent nanoceramics via SPS and ZrO_2 -doping. *Open Ceramics*, v. 22, p. 100784, abr. 2025. DOI: 10.1016/j.oceram.2025.100784.

CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE (COD). Search interface. Disponible em: <<https://www.crystallography.net/cod/search.php>>. Acesso em: 30 jun. 2025.

FEDOROV, P. P.; CHERNOVA, E. V. Phase diagrams of zirconium dioxide systems with yttrium and scandium oxides. *Condensed Matter and Interphases*, v. 25, n. 2, p. 257–267, maio 2023. DOI: 10.17308/kcmf.2023.25/11106

FENG, Yihui; ZHANG, Taihua. Determination of fracture toughness of brittle materials by indentation. *Acta Mechanica Solida Sinica*, v. 28, n. 3, p. 221–234, jun. 2015. DOI: 10.1016/S0894-9166(15)30010-0

FRANK, F. C.; LAWN, B. R. On the theory of Hertzian fracture. *Proceedings of the Royal Society A*, v. 299, p. 291–306, jul. 1967. DOI: 10.1098/rspa.1967.0137

GROVES, G. W.; KELLY, A. Independent Slip Systems in Crystals. *Philosophical Magazine*, v. 8, n. 89, p. 877–887, set. 1963. DOI: 10.1080/14786436308213843.

IROM, Elnaz; ZAKERI, Mohammad; HOSSEIN ZADEH, Ali Sedaghat Ahangari. Effect of annealing process on IR transmission and mechanical properties of spark plasma sintered Ytria. *Ceramics International*, v. 44, n. 2, p. 1668–1674, 2018. DOI: 10.1016/j.ceramint.2017.10.092.

KAILER, A.; STEPHAN, M. On the feasibility of the Chevron Notch Beam method to measure fracture toughness of fine-grained zirconia ceramics. *Dental Materials*, v. 32, n. 10, p. 1256–1262, out. 2016. DOI: 10.1016/j.dental.2016.07.011

LAWN, B. R.; COOK, R. F. Probing material properties with sharp indenters: a retrospective. *Journal of Materials Science*, v. 47, p. 1–22, 2012. DOI: 10.1007/s10853-011-5865-1

MARSHALL, D. B.; COOK, R. F.; PADTURE, N. P.; OYEN, M. L.; PAJARES, A.; BRADBY, J. E.; REIMANIS, I. E.; TANDON, R.; PAGE, T. F.; PHARR, G. M.; LAWN, B. R. The compelling case for indentation as a functional exploratory and characterization tool. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 98, n. 9, p. 2671–2680, set. 2015. DOI: 10.1111/jace.13729

MORGAN, P. E. D.; MARSHALL, D. B. Ceramic composites of monazite and alumina. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 78, n. 6, p. 1553–1563, jun. 1995. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1995.tb08851.x

NOSE, T.; FUJII, T. Evaluation of Fracture Toughness for Ceramic Materials by a Single-Edge-Pre-cracked-Beam Method. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 71, n. 5, p. 328–333, maio 1988. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1988.tb05049.x

OKAFOR, Chukwudalu; DING, Kuan; PREUß, Oliver; KHANSUR, Neamul Hayet; RHEINHEIMER, Wolfgang; FANG, Xufei. Near-surface plastic deformation in polycrystalline SrTiO₃ via room-temperature cyclic Brinell indentation. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 107, n. 10, p. 6715–6728, jul. 2024. DOI: 10.1111/jace.19962.

OTSUKA, Kazuya; OTSUKA, Kazuya. Dislocation-Enhanced Ionic Conductivity of Yttria-Stabilized Zirconia. *Applied Physics Letters*, v. 82, n. 6, p. 877–879, fev. 2003. DOI: 10.1063/1.1544440

PALMQVIST, S. A method to determine the toughness of brittle materials, especially hard metals. *Jernkontorets Annaler*, v. 141, p. 303–307, 1957.

PALMQVIST, S. The work for the formation of a crack as a measure of hard metals. *Jernkontorets Annaler*, v. 147, p. 107–110, 1963.

PALMQVIST, S. The work for the formation of a crack during Vickers indentation as a measure of the toughness of hard metals. *Arch. Eisenhüttenwes*, v. 33, p. 629–634, 1962

PETROVIC, J. J.; DIRKS, R. A.; JACOBSON, L. A.; MENDIRATTA, M. G. Effects of residual stresses on fracture from controlled surface flaws. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 59, n. 1–2, p. 177–179, mar. 1976. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1976.tb09468.x.

PETROVIC, J. J.; JACOBSON, L. A. Controlled Surface Flaws in Hot-Pressed SiC. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 59, nos. 1–2, p. 34–37, 1976. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1976.tb09381.x.

PORZ, Lukas; SCHERER, Michael; HÖFLING, Marion; NAKAMURA, Atsutomo; RHEINHEIMER, Wolfgang; RÖDEL, Jürgen et al. Dislocation-based high-temperature plasticity of polycrystalline perovskite SrTiO₃. *Journal of Materials Science*, v. 58, p. 2430–2438, jan. 2023. DOI: 10.1007/s10853-022-07405-3.

QUINN, G. D.; BRADT, R. C. On the Vickers indentation fracture toughness test. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 90, n. 3, p. 673–680, mar. 2007. DOI: 10.1111/j.1551-2916.2006.01482.x

RELIAS, Costantino; NGAI, Doug. *Indentation fracture toughness: A review and application*. *American Ceramic Society Bulletin*, v. 97, n. 7, p. 34–37, set. 2018. DOI: 10.1002/acs.bulletin.97.issue-7

SHEN, Z.; WAGONER, R. H.; CLARK, W. A. T. *Dislocation and grain boundary interactions in metals*. *Acta Metallurgica*, v. 36, n. 12, p. 3231–3242, dez. 1988. DOI: 10.1016/0001-6160(88)90058-2.

STRECKER, Kurt; RIBEIRO, Sebastião; HOFFMANN, Michael-Johannes. *Fracture toughness measurements of LPS-SiC: a comparison of the indentation technique and the SEVNB method*. *Materials Research*, v. 8, n. 2, p. 121–124, jun. 2005. DOI: 10.1590/S1516-14392005000200004

TAERI, S.; BRUNNER, D.; SIGLE, W.; RÜHLE, M. *Deformation behaviour of strontium titanate between room temperature and 1800 K under ambient pressure*. *International Journal of Materials Research*, v. 95, n. 6, p. 433–446, 2004. DOI: 10.1515/ijmr-2004-0091.

TURNBULL, Andrew; HARRIS, David C. *Mechanical, thermal, and optical properties of yttria and lanthana-doped yttria*. In: *Proceedings of the SPIE 1112, Window and Dome Technologies and Materials*, Orlando, FL (USA), 1989. p. 9–19. DOI: 10.1117/12.960758.

VASUDEVAN, A. K.; PETROVIC, J. J.; JACOBSON, L. A. *Controlled Surface Flaws in Hot-Pressed Si₃N₄*. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 58, nos. 3–4, p. 113–116, out. 1975. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1975.tb19571.x

WANG, Z. C.; KARATO, S.; FUJINO, K. *High-temperature creep of single crystal strontium titanate (SrTiO₃)—a contribution to creep systematics in perovskites*. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, v. 79, n. 3-4, p. 299–312, mai. 1993. DOI: 10.1016/0031-9201(93)90111-L.

YEHESEKEL, Ori; TEVET, O.; MORAN, U. *Elastic moduli of transparent yttria*. *Journal of the American Ceramic Society*, v. 82, n. 1, p. 136–144, jan. 1999. DOI: 10.1111/j.1151-2916.1999.tb01733.x