# Estudio de caracterización mecánica de probetas cerámicas a partir de una adaptación del ensayo brasileño

# Study of mechanical characterization of ceramic specimens from a brazilian test adaptation

I. Iglesias<sup>(\*)</sup>, B. Acosta<sup>(\*)</sup>, R. Yu<sup>(\*)</sup>, G. Ruiz<sup>(\*)</sup>, M. Aineto<sup>(\*)</sup>, A. Acosta<sup>(\*)</sup>

Recepción/*Received:* 28-X-09 Aceptación/*Accepted:* 8-I-10 Publicado online/*Online publishing:* 6-IV-11

#### RESUMEN

El ensayo de compresión diametral (ensayo brasileño) es un ensavo fácil de realizar que da como resultado la resistencia a tracción del material siempre que se cumplan una serie de proporciones entre el diámetro de la probeta, el ancho de reparto de la carga y la longitud característica del material. En este artículo presentamos unos resultados sobre probetas cerámicas cilíndricas de 40 mm de diámetro y 8 mm de espesor, elaboradas por prensado a partir de arcillas comunes y cocidas a 900 °C. Se ha realizado una caracterización mecánica de dichas probetas, que incluye sus propiedades en fractura, y una simulación numérica del ensayo brasileño basada en el modelo de fisura cohesiva. Los resultados numéricos confirman que el tamaño y condiciones de contorno elegidos para el ensavo son apropiados para obtener la resistencia a tracción de este tipo de material cerámico con lo que este ensayo se convierte en una herramienta útil que nos permite comparar la resistencia de diferentes materiales de manera sencilla y a partir de tan sólo una pequeña cantidad de muestra.

Palabras clave: cerámica, resistencia a tracción, ensayo brasileño.

#### SUMMARY

The Brazilian Test is easy to perform and its result is the tensile strength of the material provided certain ratios are fulfilled between the diameter of the sample, the load bearing width and the characteristic length of the material. In this paper we present experimental results obtained from 8 mm-thick ceramic cylinders whose diameter was 40 mm in length. The cylinders were obtained from a standard type of clay by pressing and subsequent baking at 900 °C. We made a complete mechanical characterization of the material, which included obtaining fracture properties, and a numerical simulation of the Brazilian test based on the cohesive crack model. Numerical results confirm that the size and boundary conditions chosen for the test are adequate to get the actual tensile strength of construction ceramics, which prove that this type of test is useful to compare the strength of several types of construction ceramics in a simple and convenient way. Besides, it requires a very small amount of material to prepare the specimen.

Keywords: ceramic, pressing, brazilian test.

<sup>(\*)</sup> Universidad de Castilla-La Mancha (Ciudad Real, España).

Persona de contacto/Corresponding author: Isabel.Iglesias@uclm.es

## 1. INTRODUCCIÓN

La industria de la cerámica de construcción suele utilizar ensavos tecnológicos para caracterizar mecánicamente las piezas que produce. Son ensayos sobre piezas enteras (ladrillos, tejas, bovedillas, etc.) que reúnen el imprescindible requisito de ser repetitivos y de ser comparables con otros ensayos realizados según el mismo procedimiento. Sin embargo, cuando se trata de estudiar la composición óptima de la mezcla o de comprobar el proceso de fabricación más adecuado, dichos ensayos son incómodos, ya que requieren poner en marcha todo el proceso industrial para obtener únicamente unas pocas probetas de ensayo. Por supuesto, en laboratorio se dispone de extrusoras, hornos, etc., a escala que simulan el proceso de fabricación industrial del material, pero los procedimientos de ensavo usados en laboratorio para obtener propiedades mecánicas no están normalizados y sus resultados son difícilmente comparables con los que se hagan en otro lugar con similar procedimiento. Paradójicamente, la tecnología de otros materiales de construcción, como el hormigón, cuenta con mucha normativa sobre los métodos de ensavo de laboratorio para obtener propiedades mecánicas. Sería, pues, sencillo adaptar algunos de estos procedimientos de ensayo a las características particulares de las cerámicas de construcción.

Por este motivo nos propusimos aplicar el ensayo brasileño sobre probetas cilíndricas obtenidas por prensado como método de caracterización mecánica básica de cerámicas de construcción en laboratorio. Este ensayo proporciona la resistencia a tracción siempre que se cumplan una serie de proporciones entre el diámetro de la probeta, el ancho de reparto de la carga y la longitud característica del material (1). La interpretación de los resultados del ensayo y sus condiciones de validez han sido extensamente estudiadas por Rocco, Guinea, Planas y Elices en el caso del hormigón (1-4). Una de sus conclusiones es que se trata de un ensayo que puede mostrar efecto de escala en el caso de que el material sea dúctil y el diámetro de la probeta sea relativamente pequeño (2, 3). También señalan que las condiciones de contorno del ensayo influyen mucho en el resultado. En especial, la relación del ancho de reparto de la carga sobre el diámetro debe mantenerse en valores pequeños, del orden de 1/10 (2, 3). Por último, los mecanismos de rotura son indicativos de la validez del ensayo y pueden estudiarse por medio del patrón de fisuración (4).

La propuesta que hacemos en este estudio sigue la metodología expuesta en los artículos citados y tiene en cuenta sus recomendaciones. El procedimiento que adoptamos es el siguiente. Fabricamos una serie de probetas cerámicas por prensado a partir de una mezcla de material arcilloso tomada de una fábrica de tejas curvas

#### 1. INTRODUCTION

It is custumary for the construction ceramics industry to use technological tests to characterize the mechanical resistance of the specimens that it makes. These tests are carried out on complete components (bricks, tiles, jack archs, etc.) which fulfil the necessary requirements of being both repetitive and comparable with other tests carried out according to the same procedure. Nevertheless, when it comes to studying the right composition of the mixture or to checking the most appropriate manufacturing process, these tests are inefficient because they need to put into motion the whole industrial process in order to obtain only a few samples. Of course, we can find extrusion presses, ovens, etc. in the laboratory on a scale which simulate the process of fabrication of this material, but the test procedures that are used in the laboratory in order to obtain the mechanical properties are not standardized and their results are very difficult to compare with others carried out elsewhere and through a similar procedure. Paradoxically, there are many Standards on the technology of other construction materials and on the test methods used to obtain mechanical properties. Therefore, it would be quite simple to adapt some of these test procedures to the particular characteristics of construction ceramics.

For this reason, we set out to apply the Brazilian test on cylindrical samples obtained by pressing as a method for the basic mechanical characterization of construction ceramics in the laboratory. This test can provide the tensile strength only when certain ratios are fulfilled between the diameter of the sample, the load bearing width and the characteristic length of the material (1). The interpretation of the test results as well as their conditions of validity have been widely studied by Rocco, Guinea, Planas and Elices for the case of concrete (1-4). One of their conclusions is that this test can show a scale effect when the material is ductile and the diameter of the sample is relatively small (2, 3). They also point to the fact that the test boundary conditions exert great influence on the result. Particularly, the ratio of the load bearing width over the diameter must be kept under low values, in the order of 1/10 (2, 3). Lastly, the fracture mechanisms are a sign of the test validity and they can be studied through the crack pattern (4).

The proposal that we make in this study follows the methodology used in the articles that have already been cited (1–4) and it takes into account their recommendations. The procedure that we take is the following: we make a series of samples through pressing from a mixture of clay taken from a factory of round tiles

situada en Santa Cruz de Mudela (Ciudad Real). Las probetas elaboradas son cilindros de 40 mm de diámetro y 8 mm de espesor y prismas de 110 x 55 x 8 mm. El control del proceso de fabricación es muy intenso para asegurar homogeneidad en los resultados. Las probetas cilíndricas se ensayan a compresión diametral (ensayo brasileño) para obtener la resistencia a tracción y se ensayan a compresión simple para obtener la resistencia a compresión. Las probetas prismáticas se ensavan a flexión en tres puntos para obtener el módulo de elasticidad y la energía de fractura. La longitud característica del material cerámico, calculada a partir de diferentes valores medidos en este trabajo, resulta ser de 70 mm, de modo que la relación entre dicho parámetro y el diámetro de la probeta cilíndrica es semejante al que se suele dar en el caso del hormigón.

Por otra parte, presentamos una simulación numérica del ensayo brasileño basada en el modelo de fractura cohesiva (2, 5). Esta simulación permite verificar que la distribución de las tensiones de tracción a las que está sometida la sección diametral de los cilindros cerámicos en el momento de carga máxima se corresponde con la de ensayos válidos. De modo complementario, el análisis del patrón de fisuración y del mecanismo de rotura del ensayo corrobora que la metodología de ensayo que proponemos proporciona la resistencia a tracción del material.

El presente artículo tiene el siguiente esquema: la sección 2 describe el material de partida, el proceso de fabricación de las probetas cerámicas y su geometría y propiedades físicas. La sección 3 describe el procedimiento experimental llevado a cabo sobre las probetas cerámicas mientras que los resultados obtenidos en cada uno de los ensayos realizados se exponen en la sección 4. La discusión de los resultados se realiza con la ayuda de una simulación numérica en la sección 5. Finalmente, la sección 6 hace una breve recapitulación y extrae algunas conclusiones. located in Santa Cruz de Mudela (Ciudad Real, Spain). The maximum size of particles is 100  $\mu$ m. The samples are cylinders 40 mm in diameter and 8 mm wide and 110 x 5 x 8 mm prisms. The control of the manufacturing process is very intense as to ensure homogeneity in the results. The cylindrical samples are tested by diametral compression in order to obtain the tensile strength and by simple compression to calculate the compressive strength. The prismatic samples are tested by way of bending at three points to calculate both the elastic modulus and the fracture energy. The characteristic length of the ceramic material happens to be 70 mm, so the ratio between this parameter and the diameter of the cylinder is similar to the one that can be found in concrete.

Furthermore, we present a numeric simulation of the Brazilian test based in the cohesive fracture model (2, 5). This simulation allows us to verify that the distribution of the tension over the diametral section of the cylinders at the moment of maximum loading overlaps with that of valid tests. In a complementary way, the analysis of the crack pattern and of the cracking mechanism confirms the fact that the methodology of the test that we propose provides the tensile strength of the material.

The outline of the article is as follows: the following section describes the original material, the manufacturing process of the samples and their geometry and physical properties. Section 3 deals with the experimental procedure, and Section 4 presents the results of each test. Section 5 analyses the results with the aid of a numerical simulation. Finally, Section 6 presents a brief summary and draws some conclusions.

# 2. OBTENCIÓN DEL MATERIAL CERÁMICO

# 2.1. Descripción de material arcilloso

La mezcla arcillosa que se ha utilizado para elaborar las probetas cerámicas se ha tomado de la fábrica de tejas curvas Rústicos La Mancha, S.A. situada en Santa Cruz de Mudela (Ciudad Real). Este tipo de arcillas se conocen como "arcillas comunes" y son las que se utilizan habitualmente en la industria cerámica de la construcción; su color de cocción es rojo (6).

La mineralogía del "todo-uno" de la muestra se ha determinado por difracción de rayos X y las fases minerales más importantes son las siguientes: minerales de

# 2. OBTAINING CERAMIC MATERIAL

## 2.1. Description of clay materials

The clay mixture used to make the ceramic samples has been taken from the round tiles factory in Santa Cruz de Mudela (Ciudad Real, Spain). This kind of clay is known as "common clay" and is mostly used in the construction ceramics industry. Its baking colour is red (6).

It consists of a mixture of clay and carbonate, the most predominant clays being those of illitic composition with smectite and kaolinite in lesser proportion as well as la arcilla (illita, esmectita y caolinita) un 50%, cuarzo un 25%, carbonatos (dolomita y calcita) un 15%, óxidos de hierro y titanio un 5% y feldespatos un 5%. Su composición química se ha determinado por fluorescencia de rayos X: la Tabla 1 ordena los elementos mayores predominantes expresados en tanto por ciento en peso.

La granulometría del material se ha obtenido por decantación por vía húmeda con un equipo Sedigraph y se muestra en la Figura 1.

La plasticidad de la mezcla se ha determinado calculando los límites de Atterberg, siendo su Límite Líquido de 53.0, su Límite Plástico de 22.1 y el Índice de Plasticidad de 30.9. carbonates with dolomite and calcite which appear in a proportion inferior to 15%. It contains approximately 25% of quartz and iron oxides and feldspars in smaller proportions, 9% and 5% respectively (6). Its chemical composition has been determined by X-rays fluorescence. Table 1 shows the most predominant elements expressed in weight percentage.

The grading curve was obtained by Sedigraph. Figure 1 shows the grading curve of the material.

Mixture plasticity has been determined by calculating the Atterberg grade scale, its Liquid Limit being 53.0, its Plastic Limit 22.1 and the Plasticity Index 30.9.

Tabla 1 / Table 1Elementos mayores predominantes expresados en % en peso.Most predominant elements expressed in weight percentage.

SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	K2O	Na <sub>2</sub> O	SO3	TiO <sub>2</sub>	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	Ррс*	SUMA
43.75	19.68	9.41	5.03	3.82	2.84	0.74	0.07	0.78	0.07	0.09	13.67	100

\* Ppc: Pérdida de peso por calcinación (1050°C) / L.O.I.: Loss on ignition (1050°C).



Figura 1. Granulometría del material utilizado para la fabricación de probetas. Figure 1. Grading curve of the material used to make the samples.

#### 2.2. Fabricación de las probetas cerámicas

El material arcilloso, descrito en el apartado anterior, se amasó con un 5% en peso de agua para su conformado y se dejó reposar durante 72 horas en bolsas herméticas. Pasado este tiempo se procedió al prensado del material para la obtención de probetas. Se fabricaron 32 probetas cilíndricas con un molde de 40 mm de diámetro y 10 probetas prismáticas con un molde de 110 mm de longitud por 55 mm de anchura, ejerciendo una presión de 35 MPa. Las probetas se secaron al aire durante 24 horas y en estufa eléctrica durante otras 24 horas a 45 °C, 65 °C y 105 °C simulando un secadero industrial. Una vez secas a 105 °C se midieron. Posteriormente, se cocieron

#### 2.2. Manufacture of samples ceramics

The material that we just described was mixed with a 5% in weight amount of water for its process of manufacture and it was left still in hermetic bags for 72 hours. After that time, the pressing of the samples took place. 32 cylindrical samples were made with a 40 mmdiameter mould and 10 prismatic samples were made with a 110 x 55 mm mould under a pressure of 35 MPa. The samples were left to dry for 24 hours at room temperature and then inside an electric oven for another 24 hours under temperatures of 45 °C, 65 °C and 105 °C simulating a standard industrial drying process. The baking cycle was slow: 4 hours until reaching 300 °C. con un ciclo de 4 horas hasta llegar a 300 °C, se mantuvo esta temperatura durante 5 minutos, 3 horas más hasta alcanzar los 600 °C, temperatura que se mantuvo otros 5 minutos, y otras 3 horas hasta llegar a 950 °C, que se mantuvieron 2 horas siendo el proceso de enfriamiento lento. Una vez cocidas se midieron. Las dimensiones de las probetas cilíndricas y prismáticas, tanto crudas (secas) como cocidas (950 °C) se pueden consultar en la Tabla 2. This temperature was maintained for 5 minutes. Then, three more hours until reaching 600 °C. This temperature was again maintained for 5 minutes. And finally, three hours until reaching 950 °C. This last temperature was maintained for two hours. The cooling process was also slow. Table 2 shows the average dimensions, the mass and the density of the samples after being dried and after being baked.

#### Tabla 2 / *Table 2*

Dimensiones y propiedades físicas de las probetas (cilíndricas: diámetro  $\phi$ , espesor e, masa m y densidad  $\rho$ ; prismáticas: longitud L, anchura D, espesor e, masa m y densidad  $\rho$ ).

Average dimensions,	mass and	density o	of the samples afte	r beina drved	and after be	ina baked.
						<b>J</b>

	Probetas cilíndricas / Cylindrical specimens									
	Diámetro / <i>Diameter</i> φ (mm)	Espesor / Width e (mm)	Masa / <i>Mass</i> m (g)	Densidad /	<i>Density</i> ρ (g/cm³)					
Crudas / Dryed	40.18	8.11	21.40		2.08					
Cocidas / Baked (950 °C)	39.99	8.02	17.63	1.75						
	Probetas prismáticas / Prismatic specimens									
	Longitud / <i>Length</i> L (mm)	Canto / <i>Depth</i> D (mm)	Espesor / <i>Width</i> B (mm)	Masa / <i>Mass</i> m (g)	Densidad / <i>Density</i> ρ (g/cm³)					
Crudas / Dryed	110.59	55.42	8.10	104.02	2.10					
Cocidas / Baked (950 °C)	110.02	55.04	7.99	85.78	1.77					

Cada una de las piezas prismáticas se cortó por la mitad para obtener dos probetas de flexión con una relación canto/luz adecuada. Asimismo, las probetas fueron entalladas por la sección central hasta la mitad del canto. En ambos casos el corte se realizó lentamente y por vía húmeda con una sierra de disco de 3 mm de espesor. Las dimensiones de cada una de las probetas ensayadas se pueden consultar en la Tabla 3. Each prismatic sample was cut in half in order to obtain two bending specimens with an appropriate depth/span ratio. Likewise, the samples were notched through the central section up to the middle of the depth. In both cases the cut was made slowly and in a wet environment with a 3 mm thick friction saw. The dimensions of each bending specimen can be consulted in Table 3.

Tabla 3 / *Table 3* 

Resultados de los ensayos de flexión en tres puntos: energía de fractura y módulo de elasticidad. Three-point bending tests: dimensions of the specimens, individual results and average results (fracture energy and elastic modulus).

	Ensayos de flexión en tres puntos / Three-point bending tests								
	Ensayo / <i>Test</i>	TPB1	TPB2	TPB3	TPB4	TPB5	TPB6		
	Velocidad / Speed	0.02	0.01	0.01	0.02	0.02	0.02		
SL	Profundidad / Depth, D (mm)	25.80	26.33	28.03	25.92	26.53	26.06		
Ision	Anchura / Width, B (mm)	8.00	7.98	8.10	7.98	7.98	8.05		
mer	Longitud / Length, L (mm)	110.04	110.06	110.28	110.13	110.11	110.15		
Di	Ancho de la entalla / Notch width, w (mm)	3.18	3.24	3.19	3.15	3.18	3.18		
nes	Longitud de la entalla / Notch length, a (mm)	11.68	12.05	13.86	11.66	12.29	11.77		
loist	Ligamento / Ligament, b (mm)	14.12	14.28	14.17	14.26	14.24	14.29		
mer	Área del ligamento / Lig. Area, Slig (mm <sup>2</sup> )	112.5	113.9	114.8	113.8	113.6	115.0		
ā	Longitud entre los apoyos / Span, s (mm)		101.38	101.76	100.45	101.13	101.10		
, Its	Carga máxima / Maximum load, Pmax (N)	83.9	74.5	64.6	77.1	76.7	70.9		
los /	Desplazamiento vertical / Ult. displacement, $\delta u$ (mm)	0.31	0.23	0.19	0.19	0.19	0.20		
iltad <i>'ual</i>	*(P/ω)o	3.20	2.91	2.55	2.86	2.82	2.63		
Resu	Energía de fractura / Fracture energy, GF (N/m)	33.9	42.3	27.8	31.4	36.7	29.9		
Inc	Modulo elástico / Elastic modulus, E (GPa)	86.2	79.2	80.2	75.1	78.2	69.8		
Resultados medios / Average results		Media / Mean		Desv. típica / Std. deviation		Coef. variación / Var. coef. (%)			
	GF (N/m)	3	4	5.2		15			
	E (GPa)	7	'8	5.4		7			

\* Pendiente inicial de la curva P-w, (siendo P la carga y w la apertura de la boca de la entalla) / Initial slope of the P-v curve (P is the load; v is the crack mouth opening displacement).

Las probetas de compresión se obtuvieron apilando series de cinco de las piezas cilíndricas anteriormente descritas, de modo que la altura de la pila fuera del mismo orden que su diámetro. Las bases de las piezas cilíndricas eran planas, de modo que el contacto entre las distintas piezas que formaban la probeta se producía a través de toda la superficie lateral. La Tabla 4 ordena las dimensiones de cada una de las piezas usadas para componer las probetas de compresión. The compression specimens were obtained by piling up series of five of the disks described before in such a way that the height of the pile was equal to its diameter. The bases of the disks were flat so that the different pieces contacted each other throughout their whole base surface. Table 4 gives the dimensions of each and every disk that has been used to make the compression specimens.

	Tabla 4 / <i>Table 4</i>
Resultados	de los ensayos de compresión.
	Compression tests.

Ensayos de compresión / Compression tests									
Ensayo/ Test		C1		C2		C3		C4	
nsions		φ (mm)	e (mm)	φ (mm)	e (mm)	φ (mm)	e (mm)	φ (mm)	e (mm)
		39.98	7.99	40.09	7.85	40.03	7.80	39.99	8.01
mer	Probetas de compresión /	39.98	7.90	40.02	8.00	40.07	7.79	39.99	8.03
D	Compression specimens	40.08	7.90	40.03	7.82	39.99	7.90	39.98	8.02
les		40.02	8.14	40.05	7.80	39.97	8.10	39.99	7.93
Jsion		40.00	7.86	40.01	7.84	39.95	8.15	40.00	7.90
Dimer	Área media (mm <sup>2</sup> ) / Nominal area (mm <sup>2</sup> )	1257		1259		1257		1256	
		Ň	/elocidad de ca	arga / <i>Loading</i>	<i>rate</i> = 0.5 kl	N/s			
sopa still Pmax (kN)		60.0		62.4		64.1		64.2	
Result Indiv resi	fc (MPa)	47.9		49.5		51.0		51.1	
R	Resultados medios / Average results	lios / fc (MPa)		Media <i>/ Mean</i> (MPa)		Desv. típica / Std. deviation. (MPa)		Coef. variación / Var. coef. (%)	
				5	0	1	.5		3

Finalmente, el ensayo brasileño se puede hacer con las piezas obtenidas directamente del proceso de prensado, secado y cocción sin que fuera necesaria ninguna modificación adicional. La Tabla 5 ordena las dimensiones de cada uno de los cilindros usados en los ensayos brasileños. Finally, the Brazilian tests can be performed on the disks obtained from the pressing, drying and baking process without any additional modification being necessary. Table 5 shows the dimensions of all the cylinders that have been used in the Brazilian tests.

Tabla 5 / *Table 5* Resultados de los ensayos brasileños. *Brazilian test results*.

Ensayos brasileños / Brazilian tests									
Ensayo	/ Test	B1	B2	B3	B4	B5	B6		
Velocidad /	Displ. rate		0.035 mm/s						
Dimensiones /	φ (mm)	40.00	40.04	39.99	40.04	39.99	40.10		
Dimensions	e (mm)	8.12	7.91	7.94	7.99	8.24	8.06		
Resultados / Indi-	Pmax (kN)	3.0	3.2	3.1	3.0	3.1	3.1		
vidual results	ft (MPa)	5.9	6.4	6.2	5.9	6.1	6.1		
Resultados medios ft / Average results ft		Media / <i>Mean</i> (MPa)		Desv. típica / Std. deviation (MPa)		Coef. variación / Var. coef.(%)			
		6	.1	0	.2	3			

φ: diámetro / diameter; e: espesor / width.

En cuanto al material obtenido es un producto cerámico poroso, de color rojizo, con la siguiente composición:

The material obtained is a red porous ceramic product. Your composition is: a glassy phase, residual quartz, una fase vítrea y una fase mineral en la que predomina cuarzo residual de la composición inicial y gehlenita y diópsido como minerales de neoformación consecuencia del contenido en carbonatos de la materia prima. Este material tiene una densidad aparente de 1,77 g/cm<sup>3</sup>.

## 3. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Para la completa caracterización mecánica del material cerámico se realizaron tres tipos de ensayos: ensayos de flexión en tres puntos para la obtención de la energía de fractura GF y del módulo de elasticidad E, ensayos de compresión, con el fin de obtener la resistencia a compresión fc, y ensayos de compresión diametral para calcular la resistencia a tracción ft. A partir de estos valores se calculó la longitud característica del material  $\ell$ ch.

### 3.1. Ensayos de flexión en tres puntos

Se realizaron ensayos estables de flexión en tres puntos sobre las probetas prismáticas entalladas siguiendo las recomendaciones de Elices, Planas y Guinea (7-9). La luz del ensayo fue de 100 mm. Durante los ensayos las vigas se apoyaban en dos cilindros rígidos que podían rodar sin apenas rozamiento sobre un apoyo antitorsión, tal y como se aprecia en la Figura 2.

Los ensayos se realizaron en control de posición a una velocidad de desplazamiento del pistón de 20 µm/min, aunque dos de los ensayos se realizaron a 10 µm/min para comprobar que las condiciones del ensayo eran realmente casi-estáticas. La medida de la carga se realizó con una célula Instron dinámica de  $\pm 5$  kN (precisión mínima de  $\pm 1$  N). El desplazamiento bajo el punto de carga se medía haciendo la media de la lectura de dos LVDT Solartrón con un rango de  $\pm 2,5$  mm (precisión mínima conjunta de 2 µm). Asimismo, se acopló un extensómetro resistivo Instron de 12,5  $\pm$  2,5 mm (precisión mínima de 2,5 µm) a ambos lados de la entalla para medir su apertura. En la Figura 2 se aprecia la disposición de los extensómetros durante uno de los ensayos.

## 3.2. Ensayos de compresión

Los ensayos de compresión se realizaron sobre las probetas cilíndricas formadas por apilamiento, con una máquina Servosis de 3 MN de capacidad máxima. Los ensayos se realizaron en control de carga a una velocidad de 0,5 kN/s. La célula de carga tiene un fondo de escala de 300 kN, siendo la precisión mínima de  $\pm 0,3$  kN.

gehlenite and diopside. This material has a bulk density of  $1.77 \text{ g/cm}^3$ .

## 3. EXPERIMENTAL PROCEDURE

In order to achieve a complete mechanical characterization of the ceramic material, three different types of tests were carried out: a) three-point bending tests for obtaining the fracture energy, GF, and the elastic modulus, E; b) compression tests in order to obtain the compression strength, fc; c) Brazilian tests to calculate the tensile strength, ft. The characteristic length of the material,  $\ell$ ch, was calculated from these values.

## 3.1. Three-point bending tests

Stable three-point bending tests were carried out on the notched prismatic samples accounting for the recommendations of Elices, Planas and Guinea (7–9). During these tests, the beams were lying on two rigid cylinders that were able to roll without hardly any friction on an anti-torsion support (please, see the picture in Figure 2).

The span between the supporting cylinders was 100 mm. The tests were carried out in position control at a drift velocity of the piston of 20  $\mu$ m/min, even though two of the tests were done at 10  $\mu$ m/min with the purpose of checking that the test conditions were nearly static. The load was measured with the help of an Instron dynamic cell of ±5 kN (precision of ±1 N). The displacement under the loading point was measured by calculating the mean of two ±2.5 mm Solartron LVDTs (joint precision of 2  $\mu$ m). Likewise, a 12.5 ± 2.5 mm Instron clip extensometer (precision of 2.5  $\mu$ m) was attached astride the lips of the notch to measure the opening displacement. The picture in Figure 2 shows the disposition of the measuring devices.

## 3.2. Compression tests

The compression tests were performed under loading control with the help of a Servosis machine of 3 MN top capacity and under a loading rate of 0.5 kN/s. The load cell of the machine has a span of 300 kN and its precision is  $\pm 0.3$  kN.

#### 3.3. Ensayos de compresión diametral o ensayo brasileño

Se realizaron 6 ensayos brasileños con el objeto de obtener la resistencia a tracción del material utilizándose para ello las probetas cilíndricas colocadas en la prensa tal y como se observa en la Figura 3. Para el reparto de la carga diametral se les adhirió un apoyo de madera de 4 mm de ancho a lo largo de todo el espesor de la probeta. Los ensayos se efectuaron en una prensa Instron de 5 kN de capacidad máxima. El control de los ensayos se hizo con la posición del pistón a una velocidad de desplazamiento de 35 µm/s. El fondo de escala de la célula de carga es de ±5 kN, y la precisión mínima es de 0,5 N.



Figura 2. Ensayo de flexión en tres puntos de probetas entalladas. Figure 2. Three-point bending test on one of the notched prismatc specimens.

## 4. RESULTADOS

#### 4.1. Ensayos de flexión en tres puntos

La Figura 4 muestra las curvas carga-desplazamiento (P- $\delta$ ) bajo el punto de carga de las probetas ensayadas. Para el cálculo de la energía de fractura se tuvo en cuenta el trabajo no medido en el ensayo realizando el ajuste de la cola de la curva carga-desplazamiento (9). También se obtuvieron las curvas carga-apertura de fisura (P- $\varpi$ ), cuya pendiente inicial nos permite calcular el módulo de elasticidad por medio de la siguiente expresión, tomada del Manual de Tada, Paris & Irwin (10):

#### $\mathsf{E} = (\mathsf{6LPa}/\mathsf{D}2\varpi) \cdot \{0.76 - 2.28\alpha + 3.87\alpha 2 - 2.04\alpha 3 + 0.66/(1-\alpha)2\}$

donde L es la luz entre apoyos, P es la carga, a es la longitud de la entalla, D es el canto de la viga,  $\varpi$  es la apertura de la boca de la entalla y  $\alpha$  es la relación entre la entalla y el canto de la viga (a/D). Para aplicar esta fórmula tomamos la pendiente inicial de las curvas P- $\varpi$ (estas curvas eran prácticamente una línea recta hasta llegar a la carga máxima).

Los resultados de los ensayos de energía de fractura y de módulo de elasticidad se presentan en la Tabla 3,

#### 3.3. Brazilian tests

Brazilian tests were carried out in order to obtain the tensile strength of the material. The load was applied through 4 mm-width wooden supports glued all along the width of the cylinder (Figure 3). These tests were carried out in an Instron machine of 5 kN top capacity and position-controlled at a drift velocity of 35  $\mu$ m/s. The measuring span of the load cell is  $\pm$ 5 kN and its precision is 0.5 N.



Figura 3. Ensayo de compresión diametral (ensayo brasileño). Figure 3. Brazilian test.

#### 4. RESULTS

#### 4.1. Three-point bending tests

Figure 4 shows the experimental curves depicting the load, P, versus the displacement under the loading point,  $\delta$ . To calculate the fracture energy, GF, the work that was not measured in the test was taken into account according to the prodedures described in (9). The load-crack opening curves (P- $\varpi$ ) were also recorded. The initial slope of these curves allows to calculate the elastic modulus by means of the following expression, taken from the Handbook of Tada, Paris & Irwin (10):

where P is the load, L is the span between the supports, a is the length of the notch, D is the depth of the beam,  $\varpi$  is the crack mouth opening displacement and  $\alpha$  is the ratio between the length of the notch and the depth of the beam ( $\alpha$ = a/D). In order to apply Eq. [1] we take the experimental value of the initial slope of the P- $\varpi$  curves. These curves are almost straight lines until reaching the maximum load.

[1]

The results for the fracture energy, GF, and the elastic modulus are shown in Table 3. Please, note that the

Estudio de caracterización mecánica de probetas cerámicas a partir de una adaptación del ensayo brasileño Study of mechanical characterization of ceramic specimens from a brazilian test adaptation



Figura 4. Curvas carga-desplazamiento de los ensayos de flexión en tres puntos. *Figure 4. Load-displacement curves of the three-point bending tests.* 

donde D es el canto, B el ancho, L la longitud, w el ancho de la entalla, a la longitud de la entalla, b el ligamento, y Slig la superficie del ligamento. Pmax es la carga máxima alcanzada durante el ensayo,  $\delta u$  el desplazamiento vertical máximo del punto de aplicación de la carga y  $(P/\varpi)$ o es la pendiente inicial de la curva P- $\varpi$ .

## 4.2. Ensayos de compresión

Los resultados de los ensayos de compresión se presentan en la Tabla 4. Las probetas rotas presentaban desconchamiento lateral dejando una pieza interior con forma de diábolo (dos conos rectos que se tocan en la punta). No se observaron grietas en sentido diametral.

### 4.3. Ensayos brasileños

Los resultados de los ensayos brasileños se presentan en la Tabla 5. El valor de la resistencia a tracción ft que resulta de los ensayos se obtiene a partir de la siguiente fórmula: initial slope of the P- $\varpi$  curves is indicated as (P/ $\varpi$ )o in Table 3.

## 4.2. Compression tests

Table 4 shows the results of the compression tests. The broken samples had some lateral spalling, leaving an inner piece in the shape of a diabolo (two plane cones that meet at the tip). There were no diametric cracks in any of the tests.

## 4.3. Brazilian tests

Table 5 shows the results of the Brazilian tests. The tensile strength, ft, is obtained from the tests through the following formula:

ft = (2Pmax) / ( $\pi e \phi$ )

donde Pmax es la carga máxima que aguanta el disco, e es el espesor del disco y  $\phi$  su diámetro.

La Figura 5 muestra el patrón de fisuración resultante de los ensayos. Hay una fisura central que está acompañada de fisuras secundarias que se inician en el borde de las tiras de apoyo y corren paralelas a la where Pmax is the maximum load withstood by the disk, e is the disk width and  $\phi$  is its diameter.

[2]

The picture in Figure 5 shows the crack pattern generated by the tests. There is a central crack that starts to form in the center of the cylinder and runs to the loading points. Once the cylinder is split, the load is

![](_page_8_Picture_18.jpeg)

Figura 5. Patrón de fractura en las probetas circulares rotas por tracción indirecta. Figure 5. Fracture pattern in the disks.

fisura central aunque posteriormente se acercan al centro para, en conjunto, hacer una forma de doble huso.

Una vez obtenidos el módulo de elasticidad, la energía

de fractura y la resistencia a tracción se halla la longitud

característica lch del material mediante la fórmula [3].

transmitted to the two half-cylinders and ends up generating several secondary cracks that initiate at the edges of the bearing strips. They start running parallel to the central crack but later on they approach the centre of the cylinder and end up merging with the symmetric secondary crack. The final pattern looks like a double spindle split by the main crack.

#### 4.4. Characteristic length

After having obtained the elastic modulus, *E*, the fracture energy, *GF*, and the tensile strength ft, the characteristic length lch of the material is calculated through the following formula [3]:

$$\ell ch = EGF / ft2$$
 [3]

La longitud característica del material es de 70 mm.

4.4. Longitud característica

La Tabla 6 agrupa las propiedades mecánicas del material obtenidas en los ensayos anteriores. The characteristic length of this material is 70 mm.

Table 6 shows the material mechanical properties obtained in the previous tests.

Tabla 6 / Table 6

Propiedades mecánicas del material obtenidas en los anteriores ensayos.

Groups the material mechanical properties obtained in the previous tests.

fc (MPa)	E (GPa)	ft (MPa)	GF (N/m)	λch (mm)
49.9	78.1	6.1	33.7	70

## 5. DISCUSIÓN

Los resultados experimentales expuestos en la sección anterior suponen la caracterización mecánica completa del material, incluyendo las propiedades en fractura. Los coeficientes de variación de las medidas experimentales indican que el control de los ensayos ha sido muy intenso. En el caso de la energía de fractura es normal que el coeficiente de variación sea más alto que los demás (15%), ya que se trata de una medida indirecta que, además, incorpora una energía no medida obtenida por medio de un ajuste numérico en la zona de la cola de la curva carga-desplazamiento (9). La relación entre la longitud característica y el tamaño máximo de partícula es mucho mayor que en el hormigón, lo cual concuerda con las observaciones de Yu, Ruiz y Pandolfi (11). En efecto, a diferencia de otros materiales frágiles como el hormigón, la cerámica desarrolla zonas de fractura comparables en tamaño a su longitud característica, lo cual se debe principalmente a las interconexiones existentes entre los granos en el inicio de la fractura (12, 16).

La relación entre el diámetro de los cilindros usados para el ensayo brasileño y la longitud característica es de 0.6.

#### 5. DISCUSSION

The experimental results that are presented in the previous section imply the complete mechanical characterization of the material, including the fracture properties. The low standard deviation of the experimental measurements indicates that the control of the tests has been very intense. For the case of the fracture energy, it is normal that the standard deviation is higher than the others (15% of the mean value) because it incorporates non-measured energy obtained through a numeric fit of the tail of the load-displacement curve (9). The ratio between the characteristic length and the maximum particle size is much larger than in the case of concrete, something that concurs with the remarks stated by Yu, Ruiz and Pandolfi (11). Indeed, unlike other brittle or quasi-brittle materials like concrete, ceramics develop fracture process zones comparable in size to the characteristic length, which is mainly due to the bridging and interlocking of the grains in the wake of the crack (12, 16).

The ratio between the diameter of the cylinders used for the Brazilian test and the characteristic length amounts Si tenemos en cuenta que, además, la relación entre el ancho de reparto de la carga y el diámetro es 1/10 estamos de lleno en las proporciones que Rocco et al. consideran recomendables para que el ensayo permita obtener la verdadera resistencia a tracción del material (1).

El patrón de fisuración de las probetas ensayadas por compresión diametral es típico de los ensayos correctos (4). La fisura central se forma primero, empezando en el centro y abriéndose hacia los apoyos. La concentración de carga en los apoyos produce un cierto daño local y se inician fisuras laterales justo en el final de la zona de reparto. Al formarse la fisura central el disco cilíndrico ya no resiste como un todo, sino que tenemos dos medias probetas que resisten independientemente. Al seguir el desplazamiento del pistón esas dos medias probetas se siguen cargando y se generan las fisuras secundarias que, finalmente se propagan dando lugar a la columna en forma de doble huso que se aprecia en la Figura 5.

Para confirmar estas observaciones experimentales, hemos realizado una simulación numérica del ensayo basada en la propagación de una fisura cohesiva a través del plano diametral sobre el que se carga la probeta (2, 5). En la simulación hemos utilizado una función de ablandamiento lineal. La Figura 6 muestra el estado tensional del plano diametral en el momento de la carga máxima. Se observa que la práctica totalidad de la sección está sometida a una tracción muy próxima a la resistencia a tracción, ft. La fisura cohesiva en ese momento mide 25 mm (un 62% del diámetro) aunque las aperturas de fisura son muy pequeñas (la apertura máxima, en el centro del cilindro, es de 0,05 µm) y por tanto las tracciones siguen siendo muy próximas a ft. Fuera de la zona fisurada las tracciones también son muy próximas a ft. Cuando nos acercamos a la zona del apoyo vemos que las tracciones se disparan hasta alcanzar casi cinco veces la resistencia a la tracción y to 0.6. If we also take into account that the ratio between the load bearing strip width and the diameter is 1/10, we are in full agreement with the proportions that Rocco et al. consider as ideal for a test that would allow us to obtain the true tensile strength of the material (1).

The crack pattern of the samples tested by diametral compression is typical of correct tests (4). The central crack forms first, starting in the centre and then opening towards the supports. The concentration of the load in the supports generates a certain local damage. Lateral cracks initiate just at the end of the bearing area. When the central crack forms, the cylindrical disk no longer exists as a whole, but it becomes two half disks which resist independently. These two half disks keep on standing load until secondary cracks finally propagate giving place to a column with the shape of a double spindle, something we can clearly see in Figure 5.

In order to confirm these experimental observations, we have carried out a numeric simulation of the test based on the propagation of a cohesive crack through the loaded plane (2, 5). Figure 6 shows the computed tensional state of this section at the moment of maximum load. Nearly the entire section is subjected to a tension very close to ft. The length of the cohesive crack at that moment is 25 mm (62% of the diameter) even though the crack openings are very small (the maximum opening, in the centre of the cylinder, is 0.05 µm) and therefore the tension is still very close to ft. Outside the cracked area, the tension is very close to ft too. When approaching the bearing area, the tension shoots up to nearly five times the tensile strength and then it suddenly changes so as to reach a very high compression. These variations point to the local micro-cracking existing in the bearing area, which has not been considered in our numerical model. The maximum load given by the model

![](_page_10_Figure_7.jpeg)

Figura 6. Estado tensional del plano diametral en carga máxima. Figure 6. Computed tensional state of the diametric plane at maximum load.

luego cambian bruscamente de signo llegando a compresiones muy altas. Estas variaciones son indicativas de la presencia de microfisuración local en la zona de los apoyos, la cual no está considerada en nuestro modelo. La carga máxima que da el modelo numérico es equivalente a través de [2] a una resistencia a tracción de 1,03 ft, lo cual, teniendo en cuenta la dispersión experimental, confirma que el ensayo propuesto da como resultado una propiedad del material.

#### 6. CONCLUSIONES

Este artículo ha presentado un programa experimental orientado a proponer el ensayo brasileño como medio para caracterizar mecánicamente las cerámicas de construcción. Se han medido la energía de fractura, el módulo de elasticidad, la resistencia a compresión y la resistencia a tracción de una cerámica roja de las que normalmente se utilizan en la industria. Las relaciones entre las dimensiones de la probeta y la longitud característica del material permiten afirmar que el ensayo brasileño aquí realizado proporciona la verdadera resistencia a tracción del material cerámico.

Hemos realizado también una simulación numérica del ensayo basada en la propagación de una fisura cohesiva a través del plano diametral sobre el que se carga la probeta. El perfil de tensiones en dicho plano es muy aproximadamente constante e igual a la resistencia a la tracción, lo cual confirma la validez del ensayo para determinar dicha propiedad del material.

#### AGRADECIMIENTOS

Esta investigación se ha financiado parcialmente a través de los proyectos MAT2009-12023 del Ministerio de Ciencia e Innovación y C34/06 SP2 del Ministerio de Fomento. También agradecemos a la empresa Rústicos La Mancha S.A. el suministro de las materias primas para esta investigación y al Instituto Regional de Investigación Científica Aplicada (IRICA) el uso de sus instalaciones y equipos.

is equivalent through Eq. [2] to a tensile strength of 1.03 ft. Taking into account the experimental scatter, this fact confirms that the proposed test actually gives a property of the material.

#### 6. CONCLUSIONS

We have presented an experimental program directed to propose the Brazilian test as a means of characterizing the mechanical behaviour of construction ceramics. We have measured the fracture energy, the elastic modulus, the compressive strength and the tensile strength of a red ceramic typical of those commonly used in the construction industry. The ratio between the dimensions of the cylinder and the characteristic length of the material allows us to state that the Brazilian test that has been used here provides the true tensile strength of the ceramic material.

We have also carried out a numeric simulation of the test based in the propagation of a cohesive crack through the diametric plane onto which the specimen is loaded. The stress profile of this plane is approximately constant and similar to the tensile strength, something that confirms the test validity to determine this property of the material.

#### ACKNOWLEDGEMENTS

The autors are grateful for the help they have received through the projects MAT2009-12023 from the Spanish Ministerio de Ciencia e Innovación, and C34/06 SP2 from the Spanish Ministerio de Fomento. They are also grateful to the company Rústicos La Mancha for the supply of the materials used in this research, as well as to the Instituto Regional de Investigación Científica Aplicada (IRICA) for the use of its facilities.

## **BIBLIOGRAFÍA / BIBLIOGRAPHY**

(1) Rocco, C.; Guinea, G. V.; Planas, J.; Elices, M.: "Review of the splitting-test standards from a fracture mechanics point of view", *Cem. Concr. Res.*, 31 (1) (2001), pp. 73-82. doi:10.1016/S0008-8846(00)00425-7

(2) Rocco, C.; Guinea, G. V.; Planas, J.; Elices, M.: "Size effect and boundary conditions in the brazilian test: Theoretical analysis", *Materials and Structures*, 32 (220) (1999), pp. 437-444. doi:10.1007/BF02482715

(3) Rocco, C.; Guinea, G. V.; Planas, J.; Elices, M.: "Size effect and boundary conditions in the Brazilian test: Experimental verification", *Materials and Structures*, 32 (217) (1999), pp. 210-217. doi:10.1007/BF02481517

(4) Rocco, C.; Guinea, G. V.; Planas, J.; Elices, M.: "Mechanisms of rupture in splitting tests", ACI Materials Journal 96 (1) (1999), pp. 52-60.

(5) Ruiz, G.: "Propagation of a cohesive crack crossing a reinforcement layer", *International Journal of Fracture* 111 (2001), pp. 265-282. doi:10.1023/A:1012260410704

(6) Acosta, A.; Iglesias, I.; Aineto, M.; Romero, M.; Rincón, J. Ma.: "Utilisation of IGCC slag and clay steriles in soft mud bricks (by pressing) for use in building bricks manufacturing", *Waste Management*, 22 (2002), pp. 887-891. doi:10.1016/S0956-053X(02)00075-2
(7) Guinea, G. V.; Elices, M.; Planas, J.: "Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests. 1. Influence of experimental procedures", *Materials and Structures* 25 (148) (1992), pp. 212-218. doi:10.1007/BF02473065

(8) Planas, J.; Elices, M.; Guinea, G. V.: "Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests. 2. Influence of bulk energy dissipation", *Materials and Structures* 25 (149) (1992), pp. 305-312. doi:10.1007/BF02472671

(9) Elices, M.; Guinea, G. V.; Planas, J.: "Measurement of the fracture energy using 3-point bend tests. 3. Influence of cutting the P-δ tail", *Materials and Structures* 25 (150) (1992), pp. 327-334. doi:10.1007/BF02472591

(10) Tada, H.; Paris, P.; Irwin, G. R.: The stress analysis of cracks handbook, Second edition, Paris Production Inc. and Del Research Corp., St. Louis, Missouri, USA (1985).

(11) Yu, R. C.; Ruiz, G.; Pandolfi, A.: "Numerical investigation of the dynamic behavior of advanced ceramics", *Engineering Fracture Mechanics* 71 (4-6) (2004), pp. 897-911. doi:10.1016/S0013-7944(03)00016-X

(12) Vekinis, B.; Ashby, M. G.; Beaumont, P W. R.: "R-curve behavior of Al2O3 ceramics", Acta Metallurgica et Materialia, 38 (6) (1990), pp. 1151-1162. doi:10.1016/0956-7151(90)90188-M

(13) ower, A. F.; Ortiz, M.: "A three-dimensional analysis of crack trapping and bridging by tough particles", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 39 (6) (1991), pp. 815-858. doi:10.1016/0022-5096(91)90026-K

(14) Kobayashi, A. S.: "Dinamic fracture of ceramics and ceramic composites", Materials Science and Engineering, A143 (1991), pp. 111-117. doi:10.1016/0921-5093(91)90730-B

(15) Guo, Z. K.; Kobayashi, A. S.; Hay, J. C.; White, K. W.: "Fracture process zone modeling of monolithic Al2O3", *Engineering Fracture Mechanics*, 63 (1999), pp. 115-129. doi:10.1016/S0013-7944(99)00030-2

(16) Tran, D. K.; Kobayashi, A. S.; White, K. W.: "Process zone of polycrystalline alumina", *Experimental Mechanics*, 39 (1) (1999), pp. 20-24. doi:10.1007/BF02329296

\* \* \*