

ENTALHAMENTO DE AMOSTRAS PARA MEDIDA DE TENACIDADE À FRATURA DE CERÂMICAS FRÁGEIS PELO MÉTODO SEVNB

S. Ribeiro⁽¹⁾, I. Atílio⁽¹⁾, M. R. Oliveira⁽¹⁾, G. C. R. Garcia⁽¹⁾, J. A. Rodrigues⁽²⁾,

⁽¹⁾ Universidade de São Paulo (USP) - Escola de Engenharia de Lorena (EEL)

Departamento de Engenharia de Materiais (DEMAR)

Estrada Santa Lucrecia s/n, Bairro Mondezir, CEP 12600-970, CP 116, Lorena SP

⁽²⁾ Universidade Federal de São Carlos (UFSCar) – Departamento de Engenharia de
Materiais (DEMa)

e-mail: sebastião@demar.eel.usp.br

RESUMO

O objetivo deste trabalho é apresentar uma máquina para entalhamento de corpos de prova cerâmicos, bem como a escolha e a execução do entalhamento, usando SiC sinterizado via fase líquida com aditivos de Al_2O_3 e Yb_2O_3 como material experimental. Foi desenvolvido e construído, junto a uma empresa de São Carlos-SP, um equipamento que permite produzir entalhes finos em corpos cerâmicos para posterior ruptura, visando determinar K_{IC} pelo método SEVNB. Amostras de SiC com 10% de $Al_2O_3+Yb_2O_3$ foram sinterizadas a 1950°C, retificadas e entalhadas com lâminas de barbear e pastas diamantadas de 15, 9, 6, 3, 1 e 0,25 μm . A máquina produzida para o entalhamento das amostras está em atividade no DEMAR-EEL-USP e, ao que se sabe, é a primeira no Brasil. Os resultados mostraram que em função da espessura de lâmina e da granulometria do agente abrasivo, pode-se produzir entalhes com diferentes raios de curvatura e profundidades.

Palavras chaves: Tenacidade à fratura, SEVNB, entalhamento, SiC.

INTRODUÇÃO

Cerâmicas são materiais de elevada importância em muitas aplicações tecnológicas, principalmente nos trabalhos onde se exige alto desempenho. Possuem elevada resistência mecânica e química mesmo em condições de carregamento extremo. Infelizmente, uma grande desvantagem das cerâmicas é a baixa tenacidade à fratura, K_{IC} , que as tornam motivo de preocupação para aplicações que exigem alta tenacidade à fratura^(1,2,3).

A tenacidade à fratura é uma propriedade importantíssima das cerâmicas, que mede a resistência ao início de propagação de trincas. Entretanto, a medida dessa propriedade é ainda motivo de grandes discussões e controvérsias, existindo vários métodos, uns padronizados e outros não, além de muitas equações para seus cálculos. Os principais métodos para a determinação da tenacidade à fratura são: IF (Indentation Fracture)^(4,2,5,6,7,8), IS (Indentation Strength)^(5,9,), CNB (Chevron Notch Beam)^(10,11,12,3), SCF (Surface Crack in Flexure)^(9,11,12), SEPB (Single Edge Precracked Beam)^(2,13,9,11,3), SENB (Single Edged Notched Beam)^(13,10,12), SEVNB (Single Edge V-Notch Beam)^(1,4,13,45,6,7,9,11,3,14,15).

Os métodos IF e IS são baseados em constantes empíricas para determinar K_{IC} e são menos rigorosos sob o ponto de vista teórico da mecânica da fratura que os outros métodos^(9,16). O método SEVNB é uma versão mais elaborada do método SENB, que já foi um dos métodos com maior aceitabilidade na medida de K_{IC} ⁽⁶⁾.

Grandes esforços foram envidados no sentido de aprimorar-se o método SEVNB, com publicações internacionais interessantes, mas só em 2008 foi editada uma norma que estabelece as diretrizes de execução do método, a norma ISO 23146:2008⁽¹⁴⁾. Mesmo assim, ainda continua a discussão da aceitabilidade dessa norma para cerâmicas tenacificadas, como é o caso das cerâmicas à base de zircônia. A própria norma não aconselha sua utilização para tais cerâmicas⁽¹⁴⁾.

Além do exposto, é muito discutida na literatura a influência do raio de curvatura da ponta do entalhe, as vezes simbolizado por R, as vezes por ρ , pois a partir de um tamanho crítico as medidas de tenacidade à fratura são superestimadas^(2,3,8,14,17,18). Esse fato pode ser visto com muita clareza na Figura 1, pois no ponto em que K deixa de ser independente de $\rho^{1/2}$, tem-se o raio crítico, ρ_c , e daí para frente K_{IC} cresce linearmente com a raiz quadrada do raio do entalhe.

Não só o raio de curvatura da ponta do entalhe é importante na determinação de K_{IC} pelo método SEVNB, mas também a microestrutura da cerâmica. Kubler provou empiricamente que o valor de tenacidade pode ser considerado verdadeiro se o raio de curvatura da ponta do entalhe é menor que duas vezes o tamanho médio de grão do material, confirmando as mesmas conclusões de Atzori e Lazarrin^(19,20,21).

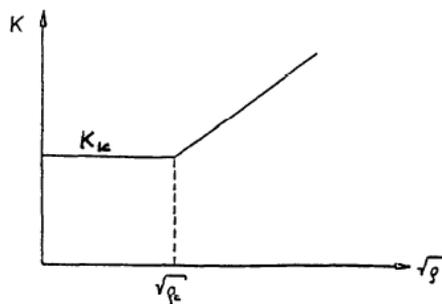


Figura 1 – Representação esquemática da dependência de K_{IC} com a raiz quadrada do raio de curvatura da ponta do entalhe, $\rho^{1/2}$ (2).

Matematicamente a relação entre K_{IC} , raio de curvatura da ponta do entalhe e tamanho de grão, pode ser expressa como:

$$K_b = K_{IC} \quad R \leq 2d \quad (A)$$

$$K_b = K_{IC} + m(R-2d)^{1/2} \quad R > 2d \quad (B)$$

em que: K_b é a tenacidade a fratura medida experimentalmente, K_{IC} é o valor real da tenacidade à fratura, R é o raio de curvatura da ponta do entalhe e d é o tamanho médio de grão. A inclinação, m , pode ser interpretada como a sensibilidade do material a superestimação da tenacidade à fratura⁽¹⁷⁾.

Fazendo uma avaliação profunda da literatura, percebe-se que o método SEVNB é o que menos apresenta problemas tanto na medição quanto no cálculo de K_{IC} , podendo ser aplicado com sucesso, principalmente quando se dispõe de uma máquina para promover o entalhe fino usando uma lâmina de barbear^(1,4,18).

Infelizmente o método SEVNB não é difundido e aplicado no Brasil, pois são preferidos os mais simples, mesmo sabendo que não são precisos e confiáveis.

Logo, espera-se que este trabalho venha contribuir para a divulgação e aceitação dessa técnica para medida de K_{IC} de cerâmicas avançadas no Brasil.

MATERIAIS E MÉTODOS

1. Materiais

1.1. barras de SiC sinterizadas via fase líquida com aditivo de $Al_2O_3 + Yb_2O_3$.

O material usado nesse trabalho foi uma cerâmica de SiC prensada isostaticamente a frio e sinterizada via fase líquida a 1950°C por uma hora, em atmosfera de argônio. A densidade desse material é de 90%. A Figura 2 mostra a microestrutura do SiC usado, obtida por Microscopia Eletrônica de Varredura, MEV, no modo elétrons secundários.

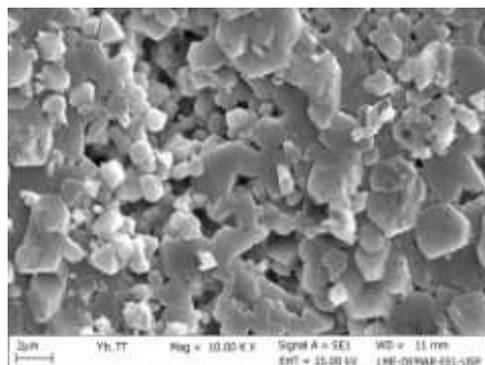


Figura 2 – Imagem de MEV, no modo elétrons secundários, da superfície de uma amostra de SiC + ($Al_2O_3 + Yb_2O_3$).

As barras de SiC foram retificadas com rebolo diamantado D121 até dimensões de 3 mm x 4 mm x 50 mm. Após retificação, as amostras foram entalhadas em uma máquina especial para tal função.

A Figura 3 mostra o conjunto amostra/suporte para execução do entalhamento. Foram coladas 7 amostras, das quais somente 5 são usadas para o teste de flexão para a obtenção do valor de K_{IC} , conforme norma ISO 23146:2008. As amostras das extremidades são descartadas, pois elas podem apresentar defeitos nas bordas dos entalhes.

1.2. Rebolo diamantado, D121, da OESTE Ferramentas;

1.3. Pastas de diamante nas granulometria: 0,25; 1, 3, 6, 9 e 15 μ m, nacional;

1.4. Lâminas de barbear com as seguintes espessuras: 0,06 mm (lâmina fina) e 0,21 mm (lâmina grossa).

2. Equipamentos e funcionamento

2.1. Retificadora

A Figura 4 mostra fotografias da retificadora utilizada para corte, retificação e nivelamento final das amostras para determinação da K_{IC} pelo método SEVNB.

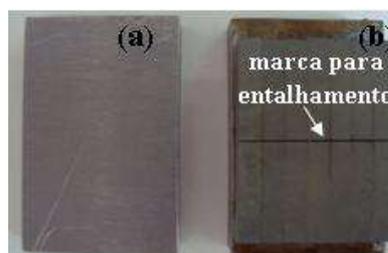


Figura 3 – (a) Placa de aço carbono suporte para as amostras de SiC; e (b) conjunto placa/amostras montadas para acabamento final (passo na retificadora para nivelar todas as amostras) e entalhamento.

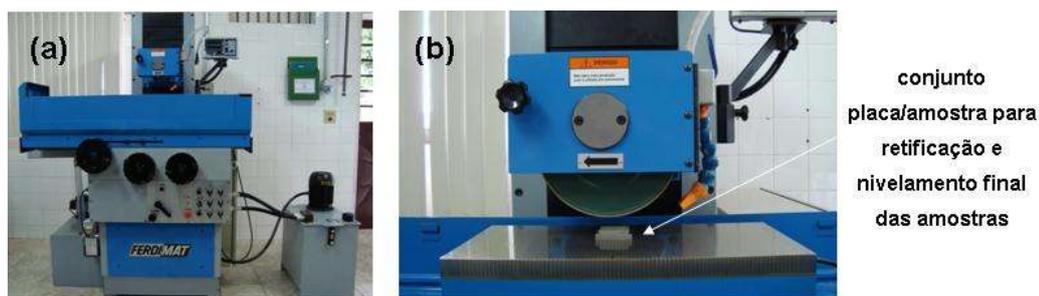


Figura 4 – Fotografias da retificadora utilizada para corte e retificação das amostras (a); e detalhe da operação de retificação das amostras (b).

2.2. Máquina para entalhamento

A Figura 5 mostra a máquina desenvolvida para elaboração do entalhe nas amostras, usando lâmina de barbear e pasta de diamante. Essa máquina foi produzida junto a EQUITECS, empresa sediada em São Carlos-SP, com projeto e adaptações realizadas com suporte do autor deste artigo.

2.3. Entalhamento

O entalhamento foi realizado na máquina desenvolvida para essa finalidade, conforme descrito no item 2.2, utilizando o conjunto placa/amostra ilustrado na Figura 3(b). Foram avaliados parâmetros que podem influenciar nas dimensões dos entalhes como: profundidade, largura, ângulo e raio de curvatura da ponta do

entalhe. Foram usadas lâminas de barbear de 2 espessuras: de 0,06 mm e 0,21 mm e pastas de diamante com várias granulometrias, conforme item 1.3.

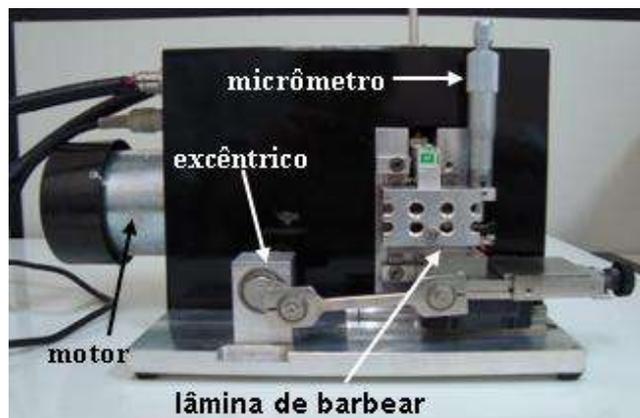


Figura 5 – Fotografia da máquina de entalhamento das amostras para a medida de K_{IC} pelo método SEVNB.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 – Efeito da granulometria das pastas de diamante no entalhe.

A Figura 6 mostra os entalhes realizados nas amostras de $\text{SiC} + (\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Yb}_2\text{O}_3)$ pela ação da lâmina de barbear e das pastas de diamante por uma hora. As pastas usadas tinham as granulometrias indicadas nas imagens (0,25 até 15). Todas as pastas promoveram o entalhamento, sendo que houveram pequenos incrementos da pasta de 0,25 μm para a de 1 μm e dessa para a de 3 μm , o que não foi observado com a mudança da pasta de 3 μm para a de 6 μm , que praticamente não apresentaram diferenças na profundidade. Com a pasta de 6 μm o entalhe ficou um pouco mais largo. Já as pastas de 9 μm e 15 μm produziram entalhes com menores profundidades e maiores larguras.

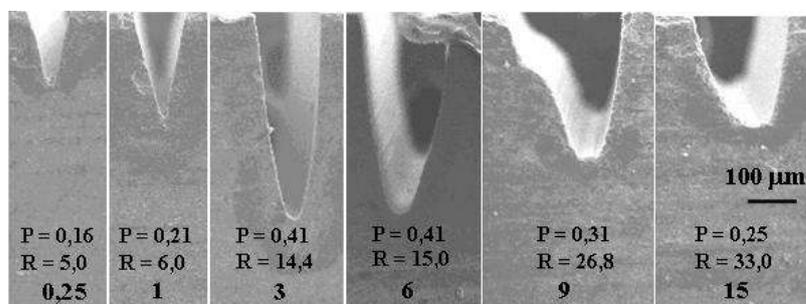


Figura 6 - Entalhes feitos com lâmina de barbear fina e pastas de diamante de 0,25, 1; 3; 6; 9 e 15 μm . P (mm) é a medida da profundidade e R (μm) é o raio do entalhe.

Foram repetidas várias vezes este teste com o objetivo de se verificar a reprodutibilidade do trabalho de entalhe. Não foram colocadas imagens dos outros testes por serem muito semelhantes às apresentadas na Figura 6, o que indicou ótima reprodutibilidade. Assim, pode-se escolher para entalhar SiC tanto a pasta de 3 μm quanto a de 6 μm , pois as larguras e profundidades são parecidas.

3.2 – Efeito da espessura da lâmina no entalhe

Neste item o objetivo foi verificar o raio do entalhe em função da espessura da lâmina usada para promover o entalhamento e tendo-se usado a pasta de 9 μm para fazer o entalhe inicial e de 1 μm , com lâmina fina, para promover o afinamento do entalhe final.

Na Figura 7 tem-se o entalhe produzido com uma lâmina de 0,21 mm (lâmina grossa) e com a pasta de 9 μm . O resultado foi um raio de entalhe igual a 66 μm .

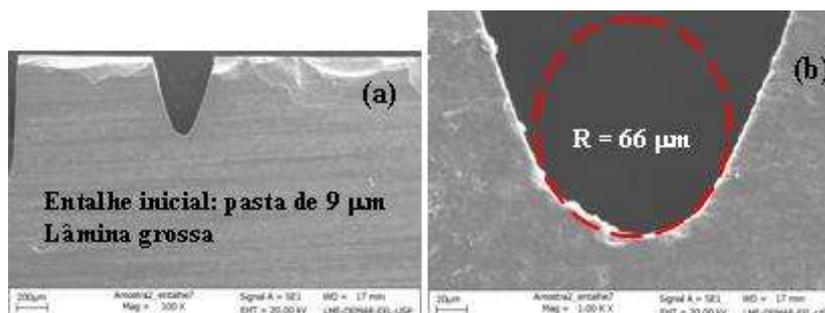


Figura 7 - Imagem de MEV, no modo elétrons secundários, ilustrando: (a) entalhe produzido com pasta de 9 μm e lâmina grossa e (b) vista ampliada da ponta do entalhe.

A Figura 8 ilustra o entalhe produzido com uma lâmina de espessura 0,06 mm (lâmina fina) e com pasta de 9 μm inicialmente e posteriormente afinado com pastas de 1 μm , tendo como resultado uma ponta de entalhe com raio de 5,6 μm .

Observa-se uma grande diferença no raio (R) dos entalhes, indicando a facilidade de se obter entalhes com várias espessuras dependendo somente da espessura da lâmina a ser usada. Isso é muito importante uma vez que pode-se eliminar a confecção do entalhe inicial, o entalhe grosso, utilizando uma retificadora e disco de corte, cujo procedimento pode trazer conseqüências indesejáveis para a amostra a ser analisada, como por exemplo, a geração de microtrincas na ponta do entalhe que vão concentrar tensões e levar a resultados imprecisos de K_{IC} . Essa

sistemática de entalhar inicialmente com disco de corte é praticada pela maioria dos usuários da técnica SEVNB e está contemplada também na norma ISSO 23146:2008.

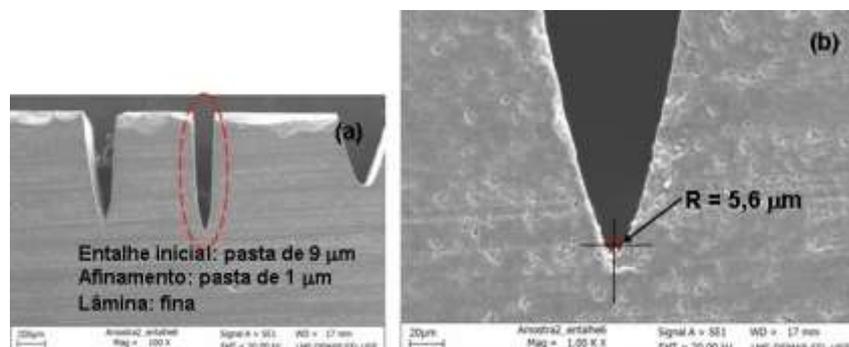


Figura 8 – Imagem de MEV, no modo elétrons secundários, ilustrando: (a) entalhe produzido inicialmente com pasta de 9 μm e finalizado com pasta de 1 μm e lâmina fina, e (b) vista ampliada da ponta do entalhe.

Com os resultados obtidos anteriormente, decidiu-se fazer um entalhamento resumo tomando a pasta de 6 μm para produção do entalhe preliminar, e depois um afinamento com a pasta de 1 μm . As profundidades dos entalhes foram controladas pelo micrômetro da máquina que foram programadas antes dos testes.

A escolha dessas duas pastas foi a partir dos resultados mostrados nas Figuras 6, 7 e 8, em que pode-se observar que a pasta de 6 μm promove entalhe com maior profundidade e ligeiramente mais largo que a de 3 μm . O uso da pasta de 1 μm para a finalização do entalhe está justificado pela geração de um entalhe com um pequeno raio de curvatura na sua ponta, como indicado na Figuras 6 e 8.

Foram realizados dois entalhamentos adotando os mesmos padrões, cujos resultados foram idênticos e por isso serão mostradas fotografias somente de um dos testes.

A Figura 9 mostra as amostras entalhadas com lâmina fina e pastas de 6 e 1 μm . Os números colocados nas amostras significam suas respectivas posições na placa para entalhamento, sendo 1a e 7a as amostras entalhada somente com a pasta de 6 μm e as demais foram entalhadas com pasta de 6 μm inicialmente e posteriormente afinadas com pasta de 1 μm .

Observa-se que a profundidade e a largura dos entalhes são um pouco diferentes ao longo das amostras entalhadas em uma mesma placa. A Tabela 1 mostra as dimensões dos respectivos entalhes. Isso supostamente é devido à

distribuição da alimentação da pasta de diamante que é mais efetiva no lado em que se encontra a amostra 7 tendo um maior volume de abrasivo nessa região e causando maior desgaste no material. Isso não implica em deficiência do método, pois a própria norma prevê uma variação de 0,8 a 1,2 mm de profundidade para o entalhe.

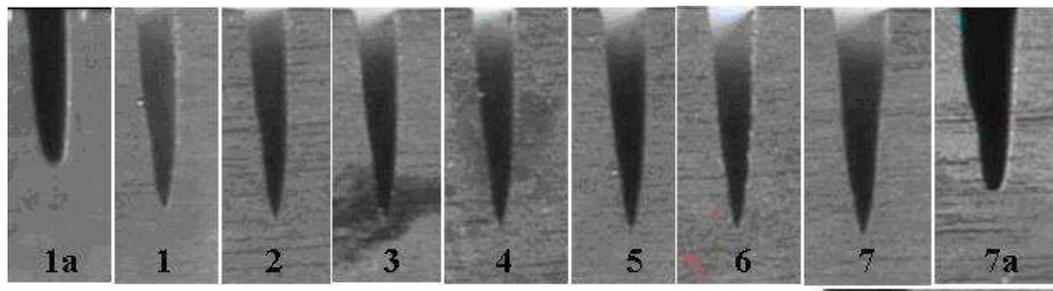


Figura 9 – Entalhes realizados com pasta de diamante de 6 μm : (1a e 7a) e entalhes com pasta de 6 μm e afinados com 1 μm (1 a 7). A barra de medida é de 1 mm.

Tabela 2 – Profundidade e largura da boca dos entalhes mostras na Figura 9.

Amostra	1a	1	2	3	4	5	6	7	7a
Largura (mm)	0,15	0,15	0,15	0,16	0,18	0,18	0,18	0,22	0,22
Profundidade (mm)	0,66	0,84	0,87	0,89	0,90	0,91	0,92	0,94	0,76

Esses testes mostraram que apesar do uso do mesmo material e as mesmas condições de operação da máquina de entalhe ainda os resultados podem ser ligeiramente diferentes, pois o raio de curvatura médio para os entalhes ficou em entre e 5,58 e 7,36 μm .

A Figura 10 ilustra a seção de uma amostra entalhada após ruptura em flexão em que se observa a área fraturada e a área entalhada. De acordo com a norma ISO 23146:2008 o tamanho do entalhe deve estar entre 0,8 e 1,2 mm que somando com a fratura deve dar aproximadamente 3 mm.

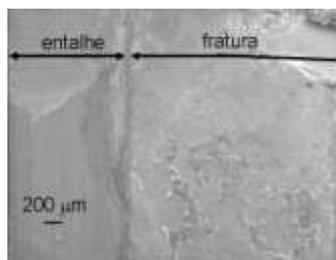


Figura 10 – Micrografia obtida por MEV de uma amostra de SiC após ruptura para determinação de K_{IC} pelo método SEVNB, mostrando as seções de fratura e de entalhe.

CONCLUSÕES

As dimensões dos entalhes podem ser produzidas conforme a necessidade, pois com o uso de lâminas de barbear com dimensões adequadas e pastas com granulometria específicas isso é perfeitamente possível.

O entalhamento deve ser feito em no mínimo duas etapas, pois com o uso de uma única pasta, à medida que o entalhe vai se tornando profundo aumenta-se a superfície da lâmina em contato com as paredes da amostra, o que causa travamento da máquina, podendo ocasionar dano à mesma e defeitos nos entalhes das amostras.

Com isso, a desculpa de não se utilizar o método SEVNB para determinar K_{IC} , devido a dificuldade de se produzir o entalhe em V com ângulo e tamanho adequados fica resolvida, pois este trabalho mostra que isso é perfeitamente viável, desde que se tenha o equipamento e procedimentos adequados.

AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPESP, processo 2010/51925-6, ao CNPq pelas bolsas de produtividade, processos 303061/2009-0 e 304760/2010-2, a CAPES pelas bolsas de mestrado e doutorado atribuída ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais da EEL.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) STRECKER, K.; RIBEIRO, S.; OBERACKER, R.; HOFFMANN, M. J. Influence of microstructural variation on fracture toughness of LPS-SiC ceramics. *Int. Jour. Refractory Materials & hard materials*, v.22, p.169-175, 2004.
- (2) DAMANI, R.; GSTREIN, R.; DANZER, R. Critical notch-root radius effect in SENB-S fracture toughness testing. *Jour. Eur. Ceram. Soc.*, v.16, p.695-702, 1996.
- (3) AWAJI, H.; WATANABE, T.; SAKAID, Y.; NAKAGAWA, H. Fracture toughness measurements of ceramics by V notch technique. *Ceram. Int.*, v.18, p.1-17,1992.
- (4) STRECKER, K.; RIBEIRO, S.; HOFFMANN, M. J. 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, 2005.
- (5) SCHERRER, S. S.; DENRY, I. L.; WISKOTT, H. W. A. Comparison of three fracture toughness testing techniques using a dental glass and a dental ceramic. *Dent. Mater.* v.14, p.246-255,1998.

- [6] CALDERON-MORENO, J. M.; POPA, M., Fracture toughness anisotropy by indentation and SEVNB on tetragonal PZT polycrystals. *Mat. Sci. Eng. A*, v.319-321, p.692-696, 2001.
- (7) SANTOS, L. A.; SOUZA, R. C.; SANTOS, C.; STRECKER, K.; SANTOS, F. A.; RIBEIRO, S.; OBERACKER, R. Tenacidade à fratura de cerâmicas oxidas – avaliação de diferentes métodos de determinação. In 64º CONGRESSO DA ABM, Belo Horizonte, MG, 2009.
- (8) DAMANI, R. J.; SCHSTER, C.; DANZER, R. Polished notch modification of SENB-S fracture toughness testing. *Jour. Eur. Ceram. Soc.*, v.17, p.1685-1689, 1997.
- (9) CHOI, S. R.; GYEKENYESI, J. P. Assessments of fracture toughness of monolithic ceramics – SEPB versus SEVNB methods. Prepared for the 11th International Conference on Fracture cosponsored by ICF, ESIS, and ASTM, Turin, Italy, March 20-25, 2005 – Publicação de NASA – National Aeronautics and Space Administration – 2006.
- (10) WANG, H.; PALLAV, P.; ISGO, G.; FEIZER, A. Fracture toughness comparison of three test methods with four dental porcelains. *Dent. Mater.* v.23, p.905-910, 2007.
- (11) GOGOTSI, G. A. Fracture of ceramics and ceramic composites. *Ceram. Int.*, v.29, p. 777-784, 2003.
- (12) ASTM C 1421- 09: Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature, 32p, 2009.
- (13) QUINN, G. D. The fracture toughness round robins in VAMA: What we have learned – Fracture resistance testing monolithic and composite brittle materials, ASTM 1409. Am. Soc. for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 2002.
- (14) ISO 23146:2008 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) -- Test methods for fracture toughness of monolithic ceramics -- Single-edge V-notch beam (SEVNB) method, 2008.
- (15) ÖZCOBAN, H.; JELITO, H.; SCHNEIDER, G. A. Influence of finite notch root radius and optically determined crack length on the measured fracture toughness of brittle materials. *Jour. Eur. Ceram. Soc.*, v.30, p. 1579-1583, 2010.
- (16) QUINN, G. D.; BRADT, R.C. On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test. *Jour. Am. Ceram. Sic.*, v.90, n.3, p. 673-680, 2007.
- (17) CAROLAN, D.; ALVEEN, P.; IVANKOVI, C., A.; MURPHY, N. Effect of the notch root radius on fracture toughness of polycrystalline cubic iron nitride. *Eng. Fract. Mec.*, v.78, p.2885-2895, 2001.
- (18) FISCHER, H.; WAINDICH, A.; TELLE, R. Influence of preparation of ceramic SEVNB specimens fracture toughness testing results. *Dent. Mater.* v.24, p.618-622, 2008.
- (19) KÜBLER, J. J., Fracture toughness of ceramics using the SEVNB method: From preliminary study to a Standard Test Method, “Fracture testing of monolithic and composite brittle materials, ASTM STP 1409. Eds. American Society for Testing and Materials, West Conshohocken, PA, 2002.

(20) INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO
23146:2008 Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) - Test
methods for fracture toughness of monolithic ceramics - Single-edge V-notch beam
(SEVNB) method. Geneva, 16 p, 2008.

[21] ATZORI B., LAZARRIN P. Notch sensitivity and defect sensitivity under fatigue
loading: two sides of the same medal. Int. J Fract , v.107, p.L3-8, 2001.

NOTCHING OF SAMPLES FOR FRACTURE TOUGHNESS' MEASUREMENTS VIA SEVNB METHOD OF BRITTLE CERAMICS

ABSTRACT

The goal of this work is to present a notching machine to produce notches in ceramic bodies as well the choice and how to make the notches, using SiC produced by liquid phase sintering as experimental material. For the liquid sintering a mixture of Al_2O_3 and Yb_2O_3 as additive was applied. It was developed and built by an enterprise sited in São Carlos-SP an equipment, which permits to obtain polished notches in ceramic specimens to be fractured afterwards. That is to facilitate the measurement of K_{IC} via the SEVNB method. Specimens of 10% of $(Al_2O_3+Yb_2O_3)$ containing SiC were sintered at 1950°C. Those specimens were machined and notched using razor blades and diamond pastes of 15, 9, 6, 3, 1 and 0.25 μm of particle size. The built machine to notch specimens is installed at DEMAR-EEL-USP, and it is said to be the first of that type in Brazil. The results showed that depending on the thickness of the razor blade and the size of the diamond particles, it can be carried out notches with distinct tip radius and notch depth values.

Key words: Fracture toughness, SEVNB, notching, SiC.