

DETERMINAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA EM COMPÓSITOS CERÂMICOS $\text{Si}_3\text{N}_4 - \text{SiC}_{(w)}$ UTILIZANDO OS MÉTODOS DE IMPRESSÃO VICKERS E BARRA ENTALHADA

Sandro Aparecido Baldacim¹, Olivério Moreira Macedo Silva²,
Carlos Alberto Alves Cairo², Cosme Roberto Moreira da Silva²

¹Depto. de Materiais Cerâmicos – IPEN

²CTA-IAE- Divisão de Materiais
Pça. Marechal do Ar Eduardo Gomes, 50 – São José dos Campos-SP
Cep: 12228-904 - Tel: (0xx) 12 347-6405

Resumo

Dois métodos para a determinação de tenacidade à fratura, indentação Vickers e barra entalhada, foram realizados e seus resultados comparados. Este estudo é importante porque dependendo do mecanismo de tenacificação atuante neste tipo de material, a trinca de medida de tenacidade por impressão Vickers pode gerar resultados contraditórios. Utilizou-se uma matriz à base de Si_3N_4 , reforçado com whiskers de SiC, na faixa de 10 à 30% em volume, sinterizados por prensagem uniaxial a quente. Comparando os resultados obtidos de tenacidade à fratura pelos métodos de barra entalhada e indentação Vickers, observou-se valores maiores para o primeiro. Pode-se sugerir que o raio do entalhe, produzido pelo disco de corte diamantado, foi superior ao raio crítico, obtendo-se um valor de tenacidade à fratura aparente, sendo necessário a utilização de um fator de correção. O fator de correção como o raio crítico estão associados aos aspectos microestruturais das composições.

Palavras-chaves: $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}_{(w)}$, Impressão Vickers, Barra entalhada

Abstract

Two methods of fracture toughness evaluation, such as the indentation fracture and single edge notched beam, were realized and compared. This studies is important because depends of the toughening mechanisms activate in ceramic composites. For example, the indentation fracture method can be generate results contradictory, principally when occur the propagation and interaction of the crack in contact with whiskers. The silicon nitride based matrix ceramic materials reinforced with silicon carbide whiskers (10 at 30 vol%) were hot uniaxial pressed. The results showed higher rise in the fracture toughness at single edge notched beam method, where the major limiting feature of this method is the appearance of a limiting critical notch root radius, above which the values are systematically too high, implying the correction factor utilization. The correction factor and critical notch root radius is relates to microstructural feature of the ceramics composites.

Key-words: $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}_{(w)}$, Indentation Vickers, Single edge notched beam

1 – Introdução

A grande finalidade em se reforçar um material cerâmico com whiskers é melhorar suas propriedades mecânicas, principalmente a tenacidade à fratura, minimizando o problema da fragilidade e, procurando ao mesmo tempo, diminuir a dispersão dos valores de resistência mecânica [1-4].

No caso do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{SiC}_{(w)}$, a utilização de whiskers pode proporcionar um aumento da tenacidade à fratura de 3 à 4 vezes superior quando comparado com o material monolítico [5-6].

Um fator muito importante na fabricação de compósitos cerâmicos refere-se a quantidade de whiskers que é adicionada à matriz, que exerce influência direta na densificação do material e, conseqüentemente, nas propriedades mecânicas. Para o compósito $\text{Si}_3\text{N}_4 - \text{SiC}_{(w)}$ observou-se um acréscimo da tenacidade à fratura, na ordem de 70%, com a adição de 20% de whiskers. Entretanto, acima desta quantidade, a densificação começa a ser inibida, ocasionando uma queda tanto da tenacidade à fratura como da resistência mecânica [7].

Diferentes mecanismos para o aumento da tenacidade à fratura atuam em compósitos cerâmicos reforçados com whiskers, mas alguns destes podem predominar, dependendo das características individuais do compósito, como as diferenças da expansão térmica e do módulo de elasticidade entre os whiskers e a matriz [8].

Os mecanismos que podem aumentar consideravelmente a tenacidade à fratura, em compósitos reforçados com whiskers são a deflexão de trinca, ponte de trinca e arrancamento de whiskers (pull-out) [9]. A atuação destes mecanismos dependem diretamente do tipo de interação existente entre os whiskers e a matriz, ou seja, das características interfaciais whiskers/matriz [10].

Devido a fragilidade dos materiais cerâmicos, a busca pelo aumento da tenacidade à fratura passou a ser o grande objetivo dos pesquisadores, seja com a utilização de reforços (whiskers, fibras e/ou plaquetas), seja com novos métodos de processamento [11]. A partir dos resultados satisfatórios obtidos, tem-se procurado a avaliação da tenacidade à fratura por vários métodos, visando aumentar sua confiabilidade.

Entre os métodos mais utilizados na avaliação da tenacidade à fratura podemos destacar os métodos de flexão em quatro pontos, de um corpo-de-prova pré-entalhado, e de impressão por indentação Vickers [12].

Neste trabalho procurou-se comparar os resultados de tenacidade à fratura, em compósitos $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}_{(w)}$, por estes dois métodos. O estudo se justifica porque dependendo do mecanismo de tenacificação atuante neste tipo de material, a trinca introduzida por impressão pode gerar resultados não confiáveis e contraditórios. A comparação entre estes dois métodos pode esclarecer dúvidas, principalmente quando ocorre o desvio do plano de propagação da trinca, induzida pela indentação, em contato com os whiskers. Estes desvios ocorrem quando o mecanismo de deflexão de trinca é predominante.

2 – Materiais e Métodos

As composições estudadas neste trabalho estão apresentadas na tabela 1. Para a obtenção dos compósitos cerâmicos, utilizou-se uma matriz cerâmica à base de nitreto de silício (H.C.Starck, grade M11), aditivada com nitreto de alumínio (H.C.Starck, grade B) e óxido de ítrio (H.C.Starck, grade C), reforçada com whiskers de carbeto de silício (ICD Group Inc.).

Tabela 1- Composições utilizadas na confecção dos compósitos cerâmicos.

Composição	Matriz (% em peso)			Whiskers (% em volume)
	Si_3N_4	AlN	Y_2O_3	SiC
A (90N5Y10W)	90	5	5	10
B (90N5Y20W)	90	5	5	20
C (90N5Y30W)	90	5	5	30

O processo de moagem/homogeneização foi realizado via a úmido, utilizando-se bolas de alumina, por 24 horas. Em seguida, os corpos-de-prova foram compactados, por prensagem uniaxial a frio (50 MPa), em matriz de aço. Para obter uma melhor densidade a verde, os corpos-de-prova foram prensados isostaticamente a frio (300 MPa).

Após as etapas de compactação, realizou-se o processo de sinterização por prensagem uniaxial a quente, em atmosfera de nitrogênio, na temperatura de 1750 °C, com taxa de aquecimento de 15 °C/min e patamar de 30 min.

Este ciclo de processamento foi adotado por ter sido otimizado em trabalhos realizados anteriormente na divisão de materiais do CTA, principalmente para o Si_3N_4 [13].

Visando eliminar alguns defeitos superficiais que, por ventura, pudessem influenciar e alterar os resultados obtidos nas etapas de caracterização, os corpos-de-prova foram submetidos ao processo de retífica em rebolo diamantado.

Para a determinação e avaliação da tenacidade à fratura, foram utilizados os métodos de impressão por indentação Vickers e o de barra entalhada por ensaio de flexão em 4 pontos, descritos a seguir.

- Método de impressão por indentação Vickers

Para se medir o comprimento de trincas produzidos pelo indentador, fez-se necessário que a superfície a ser examinada tivesse um acabamento superficial tal que as trincas pudessem ser identificadas. Desta forma, os corpos-de-prova foram cortados com disco diamantado na direção axial, e embutidos em baquelite para posterior lixamento e polimento com pasta de diamante em uma politriz de alta velocidade.

Por intermédio de um microdurômetro digital em conjunto com um visor dotado de lente graduada, foram realizados cinco indentações Vickers, com carregamento de carga de 2,0 Kg, tomando-se o valor médio do comprimento das duas trincas radiais que se originam do vértice de diagonal de impressão Vickers.

A equação utilizada para determinar a tenacidade à fratura (K_{Ic}) é dada por [14]:

$$K_{Ic} = [0,0726 \times P] / c^{3/2} \quad (I.1)$$

onde K_{Ic} é a tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$), P é a carga aplicada (N) e c é a metade do comprimento de fissura provocada pela indentação (m).

- Método de barra entalhada por ensaio de flexão em 4 pontos

Este método consiste em determinar a tenacidade à fratura (K_{Ic}) pela máxima carga suportada por um corpo entalhado, conforme a figura 1, aplicada através de um carregamento rápido, provocando o início e propagação catastrófica de uma trinca na ponta do entalhe.

A carga máxima de flexão é usada para calcular a tenacidade à fratura (K_{Ic}), que pode ser obtida a partir das relações [15]:

$$K_{Ic} = \underline{Y} \sigma \underline{a}^{1/2} \quad (I.2)$$

$$\underline{Y} = 1,99 - 2,47\underline{X} + 12,97\underline{X}^2 - 23,17\underline{X}^3 + 24,80\underline{X}^4 \quad (I.3)$$

$$\sigma = (3/2) P (\underline{L-e}) / \underline{bh}^2 \quad (I.4)$$

onde:

P é a carga aplicada (N), L é a distância dos apoios inferiores (m), e é a distância dos apoios superiores (m), h é a altura da amostra (m), b é a largura da amostra (m), Y é o fator de correção, a é a profundidade do entalhe (m) e X é o entalhe relativo (a/h).

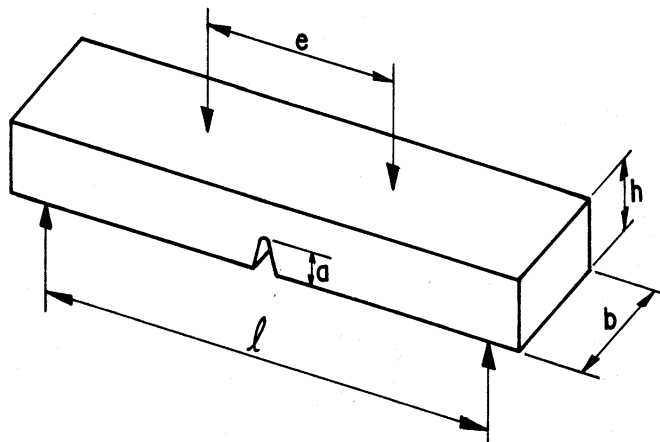


Figura 1 – Configuração esquemática do ensaio de barra entalhada [15].

Para a determinação da tenacidade à fratura via ensaio de flexão em 4 pontos, cinco corpos-de-prova de cada composição, com geometria de barra prismática retangular, foram entalhados com disco diamantado de 0,15 mm de espessura. A profundidade do entalhe teve uma variação entre 45 e 55% da altura dos corpos-de-prova, utilizando-se para medição um micrômetro ótico com precisão de 0,01 mm.

3 – Resultados e Discussões

Os valores de tenacidade à fratura, obtidos pelos métodos de impressão Vickers e barra entalhada, estão apresentados na tabela 2.

Tabela 2 – Resultados obtidos de tenacidade à fratura em compósitos cerâmicos $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-SiC}_{(w)}$.

Composição	K_{Ic} (MPa.m ^{1/2})	
	Impressão Vickers	Barra entalhada
A (90N5Y10W)	8,33 ± 0,23	8,96 ± 0,15
B (90N5Y20W)	10,36 ± 0,38	11,04 ± 0,24
C (90N5Y30W)	8,10 ± 0,22	8,53 ± 0,11

Observou-se que a obtenção e avaliação dos valores de tenacidade à fratura é sensível ao método de determinação utilizado. Segundo a literatura [16], a determinação da tenacidade a fratura por barra entalhada está diretamente ligada ao raio do entalhe, figura 2, onde nota-se a existência de um valor crítico. Acima deste valor, os resultados obtidos sofrem um acréscimo gradual, caracterizando um valor de tenacidade à fratura aparente e não real, sendo necessário a utilização de um fator de correção. O raio crítico, assim como o fator de correção, estão diretamente associados ao aspecto microestrutural, como nível de porosidade, tamanho da falha que inicia a fratura à frente do entalhe, etc..

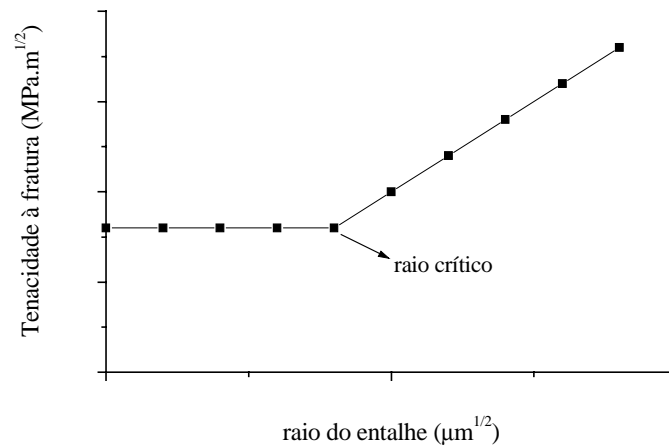


Figura 2 – Influência do raio do entalhe na tenacidade à fratura [16].

Ensaio [16] realizados em nitreto de silício, altamente densificados, determinaram um valor de raio crítico em torno de 30 µm. Neste trabalho, a utilização de um disco diamantado com 0,15 mm de espessura, proporcionou um raio de entalhe de aproximadamente 75µm, podendo ter influenciado nos resultados, superiores aos obtidos pelo método de indentação Vickers. A impossibilidade de utilizar um disco com uma espessura menor ($\leq 0,10$ mm) esteve limitado ao aparato experimental montado para a obtenção do entalhe, bem como, a sua disponibilidade.

Um outro fator que pode estar relacionado ao aumento de tenacidade pelo método de barra entalhada é o apresentado por Mukhopadhyay et al [17], que quanto maior a espessura do disco de corte, ou seja, quanto maior o raio do entalhe, maior será o atrito desenvolvido nos corpos-de-prova, podendo causar a formação de microtrincas secundárias à frente da ponta da trinca do entalhe principal. Com aplicação de cargas externas, estas microtrincas propagam ao longo da trinca principal, resultando numa ramificação de trincas, proporcionando uma maior dissipação de energia, ocasionando um aumento de tenacidade.

O gráfico apresentado na figura 3 mostra as diferenças entre os resultados obtidos de tenacidade à fratura, pelos métodos de indentação e barra entalhada, em função da fração volumétrica de $\text{SiC}_{(w)}$.

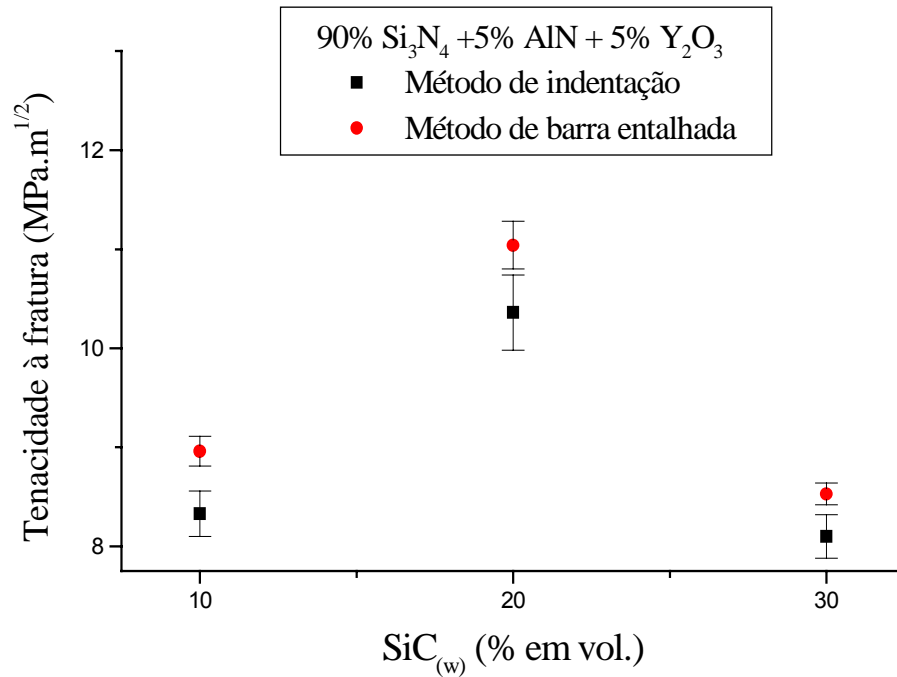


Figura 3 – Comparação dos valores de tenacidade à fratura obtidos pelos métodos de impressão Vickers e barra entalhada

De um modo geral, analisando os resultados obtidos pelos dois métodos utilizados, observou-se que a utilização de whiskers como reforço promoveu um aumento significativo, da ordem de 60-70%, na tenacidade à fratura, quando comparado com o material monolítico ($\approx 6 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$). A queda do valor de tenacidade para a composição com 30% vol. de whiskers está associada ao decréscimo da massa específica, devido a alta fração volumétrica, que inibiu o rearranjo de partículas da matriz durante a densificação. Dentre os mecanismos de tenacificação atuantes que foram observados, por microscopia eletrônica de varredura, estão a deflexão de trinca e ponte de trinca.

4 – Conclusões

Podemos concluir que a obtenção e determinação dos valores de tenacidade à fratura é sensível a cada método utilizado, bem como, aos seus parâmetros. Os resultados apresentados pelo método de barra entalhada, apesar de serem superiores, ainda precisam ser mais analisados, com a determinação do fator de correção e raio crítico, obtidos em função do aspecto microestrutural de cada composição, para podermos realmente comparar com os resultados obtidos pela impressão Vickers.

Independentemente do método utilizado, pode-se comprovar a eficiência e a necessidade de se reforçar um material cerâmico com a utilização de reforço, minimizando o problema da fragilidade, tornando-o assim mais apto para aplicações estruturais.

Agradecimentos

FAPESP – Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo

AMR/IAE/CTA – Divisão de Materiais

IPEN – Depto. de Materiais Cerâmicos

Referências

- [1] Hwang, S.L. ; Lin, H.T. ; Becher, F.P. Journal of Materials Science, Vol. 30, pg. 6023, 1995.
- [2] Sajgalik, P. ; Dusza, J. ; Hoffmann, M.J. Journal of American Ceramic Society, Vol. 78(10), pg. 2619, 1995.
- [3] Abe, H. American Ceramic Society Bulletin, Vol. 64(2), pg. 1594, 1985.
- [4] Ming, Y. ; Stevens, R. Science of Ceramics, Vol. 14, pg. 879, 1989.
- [5] Becher, P.F. Toughening Behaviour in Whiskers Reinforced Ceramics - Advanced Ceramics II. Elsevier Applied Science, London, 1986.
- [6] Homeny, J. ; Vaughn, W. L. ; Ferber, M.K. Ceramic Bulletin, Vol. 66(2), pg. 333, 1987.
- [7] Kodama, H. ; Suzuki, T. ; Sakamoto, H. ; Miyoshi, T. Journal of American Ceramic Society, Vol. 73(3), pg. 678, 1990.
- [8] Askeland, D.R. The Science and Emerging of Materials. Ed. Springer Verlag, New York, 1990.
- [9] Warren, R. Ceramic-Matrix Composites. Published Chapman and Hall, New York, 1992.
- [10] Homny, J. ; Vaughn, W.L. Journal of American Ceramic Society, Vol. 73, pg. 394, 1990.
- [11] Buljan, S.T. ; Pasto, A.E. ; Kim, H.J. Ceramic Bulletin, Vol. 68(2), pg. 387, 1989.

- [12] Piorino Neto, F.; Silva, C.R.M.; Tavares, N.S. 36º Congresso Brasileiro de Cerâmica, Junho, 1992.
- [13] Silva, O.M.M. Desenvolvimento e Caracterização de Ferramentas de Corte Nacionais de Nitreto de Silício. Tese de Mestrado - Instituto Tecnológico de Aeronáutica, 1996.
- [14] Silva, R.R.F. Cinética de Sinterização e Desgaste de Pastilhas de Corte do Sistema $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-CeO-AlN}$. Tese de Doutorado - Universidade de Aveiro, Portugal, 1992.
- [15] Cairo, C.A.A. Otimização de Parâmetros de Prensagem Isostática para Minimização de Defeitos de Compactação de Corpos Cerâmicos. Tese de Mestrado - Universidade Federal de São Carlos, 1990.
- [16] Damani, R. ; Gstrein, R.; Danzer, R. *Journal of European Ceramic Society*, Vol. 16, pg. 695, 1996.
- [17] A.K. Mukhopadhyay, S.K. Datta and D. Chakraborty, *Ceramics International*, Vol. 25, pg. 447, 1999.