

O USO DO DISCO CIRCULAR SÓLIDO PRÉ-TRINCADO COMO EFETIVO CORPO DE PROVA PARA DETERMINAÇÃO DE K_{Ic} EM MATERIAIS FRÁGEIS

Eduardo A. de Carvalho

Universidade Estadual do Norte Fluminense, Laboratório de Materiais Avançados, CCT
Av. Alberto Lamego, 2000 – Campos dos Goytacazes – RJ - CEP 28015 – 620

Christian P. Burger

Ravinder Chona

Texas A&M University, Department of Mechanical Engineering
College Station, TX 77843-3123, USA

***Resumo.** A determinação por meio de ensaios mecânicos tradicionais de propriedades mecânicas em materiais frágeis apresenta dificuldades inerentes ao comportamento do material, a grande quantidade de microtrincas e defeitos de fabricação, bem como características dos meios usados nos métodos tradicionais utilizados para testes em metais tais como desalinhamento de barras de tração. Para contornar algumas destas limitações um novo método de trabalho é proposto. Este não se utiliza de contatos mecânicos para aplicação de carregamento, mas de tensões de origem térmica induzidas pela aplicação de radiação de uma emissão laser que incide sobre um disco sólido circular contendo um entalhe que funciona como uma pré-trinca. Resultados experimentais obtidos para nitreto de silício evidenciam o potencial do teste proposto.*

***Palavras-Chave:** Tenacidade à fratura, Materiais frágeis, Tensões térmicas, Laser de CO_2*

1. INTRODUÇÃO

Para que exista uma efetiva utilização de materiais frágeis em situações onde tensões de origem mecânica e térmica estejam presentes é necessário que exista um conhecimento das suas propriedades físicas, em particular limites de ruptura à tração e compressão bem como tenacidade à fratura. Porém, os métodos tradicionais tais como ensaio de tração e de fadiga, esbarram na fragilidade intrínseca do material. Para testes onde é necessário que haja alguma forma de acoplamento do corpo de prova à garras ou mecanismos de fixação, geralmente o corpo de prova feito a partir de um material frágil se quebra pela ação de contato das garras sobre as extremidades do mesmo, inutilizando o teste antes mesmo que qualquer carga seja aplicada ao corpo de prova. Caso as garras sejam revestidas de materiais macios como ligas de cobre, então não é possível afirmar que não houve escorregamento do corpo de prova durante o teste (De Carvalho, 1997). Um segundo fator a impedir o uso de técnicas

tradicionais de ensaio na determinação de propriedades mecânicas de materiais cerâmicos é a presença de desalinhamento entre as barras de tração das máquinas de ensaio, gerando momentos no plano de carregamento do corpo de prova ou na direção transversal a este.

Em caso de materiais metálicos este efeito geralmente é desprezível, mas em materiais frágeis este estado de tensões pode destruir o corpo de prova antes que o nível de tensões atinja o valor de teste.

Outros métodos aplicáveis na determinação de K_{IC} são testes de dureza Knoop, embora estes também possam apresentar resultados questionáveis já que parte da energia gasta na formação da indentação é desviada para a formação de superfícies (trincas) no plano paralelo ao do carregamento, acarretando profundidades de indentações menores que as esperadas pela carga aplicada, acarretando valores distorcidos de propriedades assim determinados (De Carvalho, 1997).

2. MÉTODO PROPOSTO

O novo método aqui proposto se utiliza de tensões térmicas induzidas por um laser de CO_2 num corpo de prova circular, removendo assim a transferência de carga de teste por vias mecânicas (De Carvalho *et al.*, 1998). A presença de um feixe de laser aquecendo o centro do disco, gera uma região central de temperaturas mais altas, progressivamente reduzidas até atingir as bordas do disco, fazendo surgir uma região compressiva no centro do disco e trativa nas regiões mais afastadas deste mesmo centro. A presença desta tensão trativa pode ser portanto explorada para fins de avaliação de propriedades mecânicas. O método tem como vantagem sobre outros propostos (Schneider e Petzow, 1991, Akyama e Amada, 1993) a utilização apenas do canhão laser, sem necessitar nenhum arranjo de elementos óticos sofisticados e porque prevê resultados confiáveis com o aquecimento de apenas um lado do corpo de prova, caso o material frágil estudado apresente alta condutividade térmica. Outras vantagens não desprezíveis são a possibilidade de se controlar o diâmetro da emissão laser, a potência aplicada e a duração de cada pulso e intervalos, permitindo que se manipule a magnitude das tensões de origem térmica induzidas, além da emissão em comprimento de onda bem conhecido (10.6 μm no caso do laser de CO_2 Rofin-Sinar 810), o que permite um estudo também dos efeitos da radiação emitida sobre as propriedades óticas e de absorção do material estudado. Uma vez que resultados experimentais determinem o período de tempo máximo de validade do modelo empregado para prever a distribuição de temperaturas, basta determinar o tempo exato da fratura para que a distribuição de tensões naquele instante ser conhecida.

2.1 Influência do diâmetro do feixe nas tensões induzidas

A magnitude das temperaturas presentes no disco ao longo do ensaio sofre influência de diversos fatores, mas a distribuição espacial relativa das isotermas pode ser manipulada variando-se o diâmetro do feixe de laser. O uso de um expansor/colimador de raios serve perfeitamente para este fim (De Carvalho, 1997) e permite um controle preciso das tensões induzidas. Estas tensões são produto de uma distribuição de temperaturas conhecida determinada pelo uso de câmara filmadora operando no espectro infravermelho. Depois de se coletarem as variações nas posições e temperaturas, para um caso onde a razão diâmetro da emissão laser e o do disco é da ordem de 0.22, um polinômio apresentando razão de segunda ordem, é utilizado para representar a distribuição de temperaturas:

$$T(r, t) = \frac{a_0(t) + a_2(t)r + a_4(t)r^2}{1 + a_1(t)r + a_3(t)r^2} \quad (1)$$

Sendo os termos a_n constantes determinadas pelo uso de um método super-determinístico de obtenção de coeficientes e r a posição radial da temperatura e t o tempo decorrido. As tensões para este caso estudado foram descrita por Boyle e Weiner (1960):

$$\sigma_r = \alpha E \left[\frac{1}{R^2} \int_0^R T r dr - \frac{1}{r^2} \int_0^r T r dr \right] \quad (2)$$

$$\sigma_\theta = \alpha E \left[\frac{1}{R^2} \int_0^R T r dr + \frac{1}{r^2} \int_0^r T r dr - T \right] \quad (3)$$

onde:

α é o coeficiente linear de expansão térmica,
 E é o módulo de Young,
 R é o raio do disco
 r é um raio variável ($0 \leq r \leq R$);

A simetria axial do disco, aliada a espessura pequena em relação ao diâmetro, resultam em $\tau_{r\theta}$ igual a zero. Para as avaliações numéricas por métodos tais como diferenças finitas basta que se represente o disco por uma região retangular bidimensional, com refinamento de malha somente na região próxima ao limite externo do feixe de laser.

2.2 Espessura máxima do disco analisado

Tensões térmicas são produzidas em um corpo como resultado de distribuições de temperaturas que não permitem a livre expansão dos elementos individuais de acordo com a temperatura local. Existem certas distribuições de temperatura que produzem expansões livres tais que os elementos adjacentes se acomodam sem interferência e portanto sem o desenvolvimento de tensões (Burgreen, 1971).

Distribuições de temperaturas que satisfaçam as equações abaixo geram determinações compatíveis e não produzem tensões térmicas em corpo livre de restrições a expansão ou contração:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} = 0 \quad (4)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = 0 \quad (5)$$

$$\frac{\partial^2 T}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} = 0 \quad (6)$$

Uma distribuição linear de temperaturas em um corpo livre de restrições, que pode ser representado em coordenadas retangulares da forma:

$$T = T_0 + T_1x + T_2y + T_3z \quad (7)$$

ou

$$T = (T_0 \cos\theta + T_1 \cos\theta) r \quad (8)$$

Não produzirá tensões. Isto é prontamente percebido ao se observar que esta variação linear de temperaturas satisfaz Eqs. (4) a (6), que são as condições requeridas para que não existam tensões térmicas em um corpo sem restrições. Distribuições de temperatura lineares, como as apresentadas nas Eqs. (7) e (8), produzirão deformações livres de tensões nos corpos onde estão presentes. Deve se observar que para estas condições serem válidas, a distribuição linear de temperaturas deve ser contínua por toda a extensão do corpo (Burgreen, 1971).

A importância da descrição acima é basicamente mostrar que se a análise numérica aponta para existência de variações de temperatura ao longo da espessura, sendo esta linear, tensões ao longo do eixo z podem ser ignoradas.

2.3 Semi-opacidade de alguns materiais frágeis

Entre os materiais frágeis os cerâmicos apresentam uma característica que deve ser levada em conta: o comportamento semi-opaco. Sob esta condição, a distribuição de tensões num corpo será diferente da prevista pelo modelo tradicional (Hasselman *et al.*, 1980). Estudos complementares discutem em profundidade o assunto e apresentam desenvolvimento de formulações que analisam o caso do disco circular (De Carvalho *et al.*, 1998, De Carvalho *et al.*, 1999).

2.4 Distribuição temporal dos gradientes de temperaturas

No caso de um disco circular sólido, as distribuições de tensões atingirão um máximo no início do carregamento, sendo este fenômeno um produto do comportamento dos gradientes de temperatura. Estes partem de zero, atingem um máximo e caem progressivamente, até que o corpo entre em regime permanente (Zhang e Burger, 1986), neste caso o equilíbrio entre o fluxo de calor que é absorvido pelo disco e o que é trocado com o meio via convexão – a radiação só se faz significativa em tempos mais longos, após a fratura, como detectado por De Carvalho (1997). Assim sendo a fratura do corpo de provas deverá ocorrer no início do processo. Quanto menor forem as difusividade e condutividade térmicas de um dado material, maiores serão os gradientes de temperatura. Um estudo numérico cuidadoso pode prever o tempo aproximado de duração do experimento, sendo este onde o gradiente de tensões atingirá um máximo uma vez que o material pode se romper antes deste máximo ser atingido, mas não depois. O uso de um detetor determinará o momento exato da fratura do corpo de prova.

2.5 Acabamento superficial

Materiais frágeis são extremamente sensíveis a microtrincas, vazios e falhas superficiais. Em função disto o corpo de prova deve apresentar um grau de acabamento superficial que não permita a iniciação da falha catastrófica em outro ponto do corpo que não o ponto na raiz do entalhe que se encontre mais próximo do centro do disco.

2.6 Absorção de potência

Em função do acabamento superficial, uma parte sensível da energia aplicada será refletida. Um medidor de potência serve como anteparo para o raio refletido, permitindo que a potência refletida seja medida em tempo real. Utilizando-se este medidor de potência para

calibrar o interno do laser garante que o total de energia absorvida seja determinado com precisão. Este valor também servirá como valor de entrada no método numérico empregado.

2.7 – Distribuição de energia num feixe de laser

A distribuição de energia na seção transversal do feixe de laser tem grande influência na distribuição de temperaturas. Para um laser de CO₂ calibrado e alinhado, a distribuição é do tipo TEM₀₀ ou gaussiano. O método numérico será tão eficiente quanto este valor previsto esteja próximo da situação real. A expressão abaixo representa uma distribuição de energias como o previsto no caso descrito:

$$I_{inc} = I_0 e^{\left(\frac{-2r^2}{R_0^2}\right)} \quad (9)$$

onde:

$$I_0 = \frac{2P}{\pi R_0^2} \quad (10)$$

sendo:

- I_{inc} é densidade de energia incidente,
- I_0 é a intensidade máxima, no centro do feixe,
- r é o raio, medido a partir do centro do feixe ($0 < r < R$),
- R_0 é o raio do feixe,
- P é a potência emitida;

2.8 Determinação experimental de outras constantes físicas

Como este método depende parcialmente de análise numérica para previsão do estado de tensões existentes no disco, a determinação experimental das constantes requeridas durante o processo torna-se crítica. No caso particular dos cerâmicos, a dependência de dados experimentais é mais crítica, uma vez que existe uma grande dispersão nos valores apresentados pela literatura e fabricantes para um mesmo produto. Esta avaliação deve se estender até mesmo para diferentes lotes de um mesmo fabricante. Existem diversos métodos de determinação das grandezas de interesse tais como condutividade e difusividade térmicas, densidade, coeficiente de troca de calor convectivo e coeficiente de absorção óptica.

3 . UM CASO ESTUDADO

Para verificar a viabilidade do método aqui apresentado, este trabalho apresenta um estudo experimental e numérico realizado com discos de nitreto de silício apresentando 18 mm de diâmetro e espessura de 1.6 mm. Para a previsão das distribuições de temperaturas, o método das Diferenças Finitas foi utilizado (De Carvalho, 1998). O laser utilizado foi um Rofin-Sinar 810, com capacidade máxima de 600 W em modo contínuo de 2500 W em pulsado. Para a medição da potência de fato absorvida pelo corpo foram utilizados dois medidores de potência independentes e calibrados, sendo o interno ao equipamento calibrado utilizando-se o externo. Para minimizar as perdas de calor para o dispositivo de fixação, o disco foi mantido em posição por 3 parafusos cujas pontas foram afiadas em um esmeril.

3.1 Preparação dos corpos de prova

A partir de um cilindro de nitreto de silício (Si₃N₄ CERALLOY® 147-5 Hot Pressed silicon nitride) com 18 mm de diâmetro e 100 mm de comprimento, cedido pela Ceradyne®. A primeira operação consistiu em se abrir um entalhe radial com 4 mm de profundidade e um ângulo de inclinação de cerca de 6° para garantir a existência de um ponto mais próximo do centro, onde a trinca deve se iniciar). Devido a dureza do nitreto de silício, foi utilizado um disco de corte de diamante. Feito isto foram cortados discos com espessura de cerca 1.6 mm. Estes discos foram polidos com diversas pastas de diamante até 1 µm e 6 µm slurry. Após o término da operação de polimento das duas faces do disco estes foram inspecionados visualmente para se verificar a existência de fraturas nas bordas. A Figura 1 apresenta um close-up da raiz do entalhe (aumento de 110X).

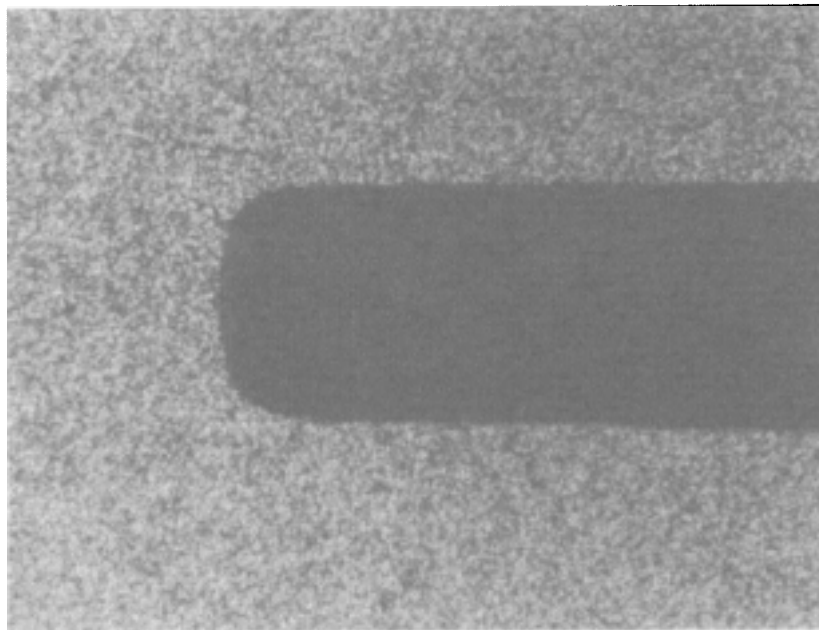


Figura 1 – Close-up da raiz do entalhe (aumento 110X)

3.2 Temperaturas

A Figura 2 apresenta resultados experimentais comparados a previsões obtidas pelo método de Diferenças Finitas. A coleta dos valores das temperaturas durante o teste é feita com o uso de uma filmadora Hughes Probeye Thermal Video System Series 3000 (operando em comprimentos de onda na faixa do infravermelho) gravando-se todo o teste numa fita de video formato VHS onde um contador de tempo e tabelas de temperaturas são apresentados e posteriormente analisando-se o teste quadro a quadro. Para que a emissividade do disco seja bem conhecida, recobre-se sua parte posterior (oposta ao lado submetido à radiação) com um pó medicinal branco conhecido nos EUA como “Micatin”. Este valor é de $\epsilon = 1.0$. Sobre estes valores experimentais, representados por pontos isolados na figura, valores numéricos são superpostos e a figura apresenta assim a distribuição radial de temperaturas, onde pode se constatar que existe uma boa concordância entre modelo e valores experimentais até um período de cerca de 10 segundos. A distribuição de densidade de energia no feixe de radiação é gaussiana (DeCarvalho, 1997) e tem seu centro superposto ao centro do disco de nitreto de silício.

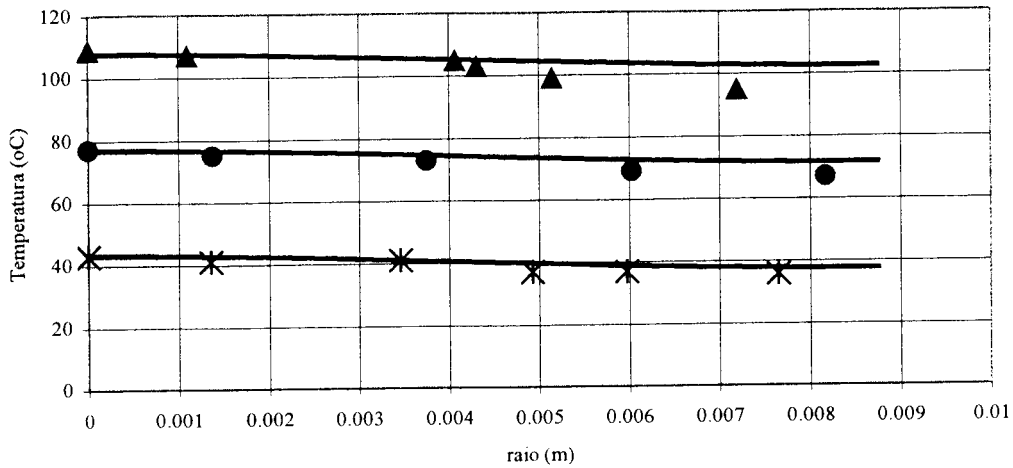


Figura 2: Valores experimentais (marcas isoladas) versus numéricos (linhas contínuas). Ao topo os valores para 17.1s, meio 10s e embaixo 3.1s.

3.3 Tensões radiais atuando nas faces da trinca

Das expressões (1) e (3), com seus coeficientes determinados pelo procedimento experimental, pode-se verificar que existe uma distribuição de tensões como prevista pela expressão (3), apresentado na Figura 3. Estas tensões passarão por um pico em $t \approx 5s$ e depois cairão para um valor constante no tempo, quando do estado regime permanente.

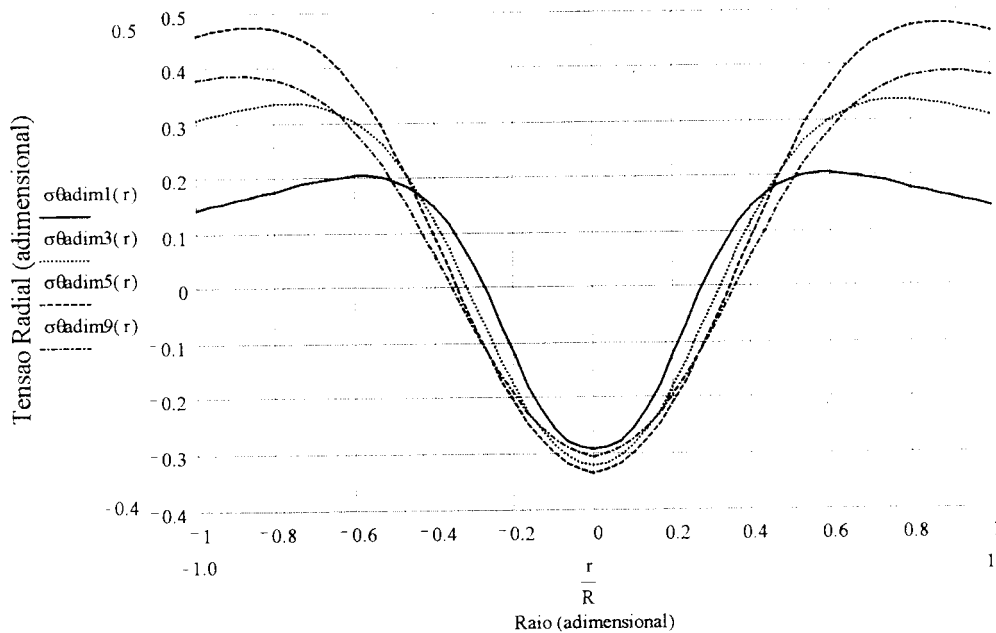


Figura 3: Variação de tensões radiais adimensionais nas faces da trinca apresentam pico nas vizinhanças de 5 segundos.

3.4 Comportamento de iniciação e propagação da trinca

Cinco corpos de prova foram rompidos e se verificou que bastaria o uso da pasta $6 \mu m$ “slurry”, uma vez que sendo que o ponto de iniciação da trinca foi sempre o ponto mais

próximo do centro, como demonstrado pela observação direta dos corpos de prova rompidos. A Figura 4 apresenta o ponto de iniciação da trinca. Na região de iniciação a trinca se propaga a 45° com relação ao plano carregamento e a seguir vai progressivamente assumindo uma trajetória radial até o centro do disco (crack arresting), conforme comportamento previsto por Chona (1987). Também foi notado que em ambas as faces a trinca se iniciou no mesmo ponto, indicando que deformações fora do plano não foram significativas.



Figura 4. Ponto de iniciação da trinca – 200X (lado reverso) .

3.5 Modelagem MFLE

Uma vez que se pode determinar o nível de tensões no disco ao longo do tempo, o passo seguinte é calcular como esta distribuição controlará a propagação da trinca. Existem duas formulações tradicionais, Tweed & Rooke (1973) e Rooke & Tweed (1973), que tratam de tensões constantes ou parabólicas nas faces da trinca respectivamente. DeCarvalho (1997) propôs um novo modelo a partir do aspecto geométrico da distribuição de tensões, que é na verdade uma superposição das soluções previamente citadas. Para o caso onde as tensões atuando nas faces da trinca são constantes tem-se que:

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a} \frac{1.122 + 0.140(a/D) - 0.545(a/D)^2 + 0.405(a/D)^3}{(1 - a/D)^{1.5}} \quad (11)$$

onde:

σ é a tensão atuante (ou de fratura no caso de K_{IC}),
 a é o comprimento da trinca,
 D é o diâmetro do disco;

Para o caso onde a tensão é parabólica, com origem no centro do disco, tem-se que:

$$K_I = \sigma_{\text{ext}} \sqrt{\pi a} \frac{1.12 - 2.52(a/D) + 2.42(a/D)^2 - 0.78(a/D)^3 + 0.13(a/D)^4}{(1 - a/D)^{1.5}} \quad (12)$$

onde:

σ_{ext} é o valor da tensão no ponto mais externo do disco;

O modelo que combina as duas soluções acima soma a solução de (11) com (12) e subtrai o excesso de (12) aplicada invertida como apresentado na Figura 4.

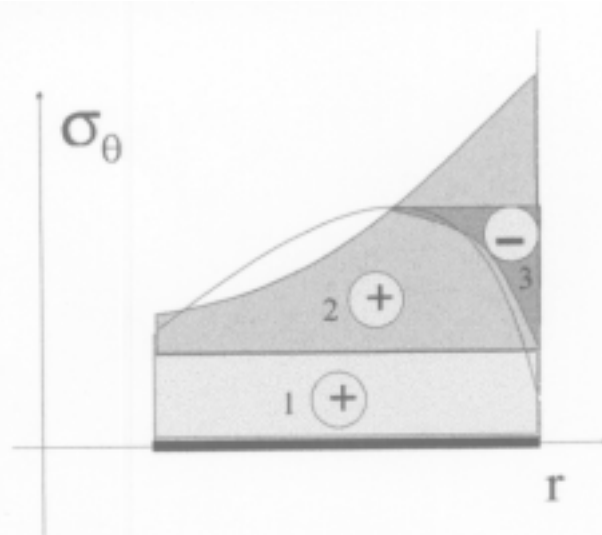


Figura 4. Um modelo alternativo gerado a partir da soma das Eqs. (11) e (12) – regiões 1 e 2 – e subtraído da Eq (12) – região 3.

O setup utilizado para a coleta de dados apresentados neste trabalho não dispunha de um microfone que determinasse o momento exato da fratura. Desta forma limita-se a apresentar os modelos propostos sendo empregados para a situação onde assumiu-se que a fratura ocorreu quando as tensões atingiram o pico. Estes valores estão apresentados na tabela 1.

Tabela 1. K_{IC} obtido pelos diversos modelos

Modelo	K_{IC} (MPa \sqrt{m})
Tweed	4.8
De Carvalho	4.8
Ceradyne	5.0

4. CONCLUSÕES

O método proposto pode servir como instrumento de medida e avaliação de propriedades mecânicas de materiais frágeis, sendo que a simplicidade do setup ótico garante o baixo custo relativo do método. A incorporação de um microfone para a determinação o momento exato do momento da fratura complementa o método, uma vez que a fratura pode ocorrer antes das tensões atingirem o máximo previsto.

A similaridade entre o caminho de propagação da trinca neste trabalho (monocíclico) e o de fadiga indica que certos modelos tradicionais podem ser usados também no caso de materiais frágeis.

Embora exista uma boa concordância entre todos os valores obtidos, o pequeno número de amostras estudadas e as hipóteses assumidas recomendam o aprofundamento do estudo.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao CNPq, pelo financiamento parcial deste trabalho (proc. nº 200,637-92/4), Dr. Gwo-Ping Fong e Steve Fazzini pela confecção dos corpos de prova e Dr. Todd Dickey pela operação da câmara de infra-vermelho.

REFERÊNCIAS

- Akyiama, S. & Amada, S.A., 1993, A new method to evaluate the thermal shock resistance of ceramics by laser pulse radiation, *Fusion Technology*, v. 23, pp. 426-434.
- Boley, B.A. & Weiner, J.H., 1960, *Theory of Thermal Stresses*, Krieger, Malabar, FL.
- Burgreen, D., 1971, *Elements of Thermal Stress Analysis*, 1 st. ed., C.P. Press, Jamaica, NY.
- De Carvalho, E.A., 1997, Characterization of the effect of severe environment on advanced materials, Ph.D. Dissertation, Texas A&M University, pp. 220.
- De Carvalho, E.A., Burger, C.P. and Chona, R., 1998, A proposed new method to evaluate fracture toughness in brittle materials by laser radiation, *Proceedings of the SEM Spring Conference on Experimental and Applied Mechanics*, Houston, Texas, EUA, pp. 241-244.
- De Carvalho, E.A., Burger, C.P. and Chona, R., 1999, K_I Determination for a Solid Disk Containing a Crack Submitted To a Central Laser Radiation, to be presented at the SEM Spring Conference on Experimental and Applied Mechanics, Cincinnati, Ohio, USA.
- Rooke, D.P. & Tweed, J., 1973, The stress intensity factors of an radial crack in a finite rotating disk, *Int. J. of Eng. Sciences*, v. 11, pp. 279-290.
- Schneider, G.A. & Petzow, G., 1991, Thermal shock testing of ceramics - A new testing method, *Journal of American Ceramic Society*, v. 74, p. 98-102.
- Tweed, J. & Rooke, D.P., 1973, The stress intensity factors of an edge crack in a finite elastic disk, *Int. J. of Eng. Sciences*, v. 11, pp. 65-73.
- Zhang, P. & Burger, C.P., 1986, The investigation of thermal stress-intensity factors K_I and K_{II} , *SEM Spring Conference on Experimental Mechanics*, v.1, New Orleans, USA, p 3-6.

FRACTURE TOUGHNESS DETERMINATION FOR CERAMICS VIA LASER INDUCED THERMAL STRESSES

Abstract. Difficulties associated to ceramics mechanical properties determination using traditional methods, by its very own fragility, presence of large amount of microcracks and manufacturing defects, or by crossbars misalignment at traditional methods more related to metals, took to a new working method proposition. The proposed method does not rely on mechanical contacts for load transfer, but laser emission radiation falling over a solid circular disk containing a notch which works as a pre-crack. Some experimental results are presented for silicon nitride and show the new method potential usefulness.

Key-words: Fracture toughness, brittle materials, thermal stresses, CO₂ laser