

EFEITOS DE TENSÕES RESIDUAIS E DE DEFEITOS EXTRÍNSICOS NA
RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE Al_2O_3

Marcio Raymundo Morelli e Edgar Dutra Zanotto
DEMa-UFSCar
13560 - São Carlos-SP Brasil

Jorge Massato Kawasaki
NGK do Brasil S.A
08730 - Mogi das Cruzes-SP Brasil

EFFECTS OF RESIDUAL STRESSES AND OF EXTRINSIC DEFECTS ON
THE FLEXURAL STRENGTH OF ALUMINA

Specimens with 99,9% Al_2O_3 were isostatically pressed and sintered at 1650°C. They were indented in a Vickers hardness tester which produced extrinsic defects from 7 to 20 μm . Some samples were annealed at 1500°C for two hours and broken by four point bending together with non-annealed specimens. The annealing procedure substantially reduced the residual stresses caused by indentation and consequently raised the mechanical strength. Static fatigue was negligible. By means of σ versus $c^{-1/2}$ plots, where σ is the flexural strength and c is the extrinsic defect size of annealed specimens, it was possible to determine the size of the most severe intrinsic defect due to processing. An independent evaluation by SEM confirmed the result.

1. INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos avançados apresentam excepcional inércia química, rigidez, dureza e refratariedade, entretanto sua baixa tenacidade associada ao largo espalhamento de valores de resistência a ruptura e à corrosão sob tensão limitam severamente suas aplicações estruturais [1].

De forma simplificada pode-se expressar a resistência a ruptura desses materiais pela seguinte fórmula [1]:

$$\sigma = (Z/Y) \sqrt{(2E\gamma/c)} \quad (1)$$

onde Z e Y são fatores geométricos, E o módulo de Young, γ a energia efetiva de fratura e c uma dimensão do defeito mais severo.

Os parâmetros γ e E dependem da natureza do material enquanto que o defeito crítico pode ser o maior poro, aglomerado, grão, inclusão ou microtrinca proveniente do processamento ou do uso do material. No caso típico de amostras ensaiadas sob flexão, o defeito mais atuante estará localizado nas vizinhanças do centro da superfície inferior da amostra (em relação ao posicionamento durante o ensaio).

Portanto, é extremamente importante conhecer as dimensões do defeito crítico para se correlacionar o mesmo com o processamento a fim de otimizar este último e elevar a resistência mecânica. Vários autores têm-se dedicado a esse fim com as mais diversas e sofisticadas técnicas.

Neste trabalho desenvolveu-se uma metodologia relativamente simples para determinação do tamanho da falha intrínseca mais severa (proveniente do processamento) através da introdução de defeitos extrínsecos por indentação. A acurácia do método foi comprovada por microscopia eletrônica de varredura.

Como objetivos complementares foram testados os efeitos da indentação-técnica amplamente empregada para os mais diversos tipos de caracterizações mecânicas, incluindo dureza e tenacidade - na formação de tensões residuais e na possível ocorrência de corrosão sob tensão.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Amostras de $Al_2O_3 - \alpha$, com 99,9% de pureza e tamanho médio de partículas $0,3 \mu m$, foram prensadas isostaticamente nas dimensões $70 \times 10 \times 5 mm$ e sinterizadas em forno elétrico a $1650^\circ C$ por 4 horas.

Por seleção visual e observação após ensaio por líquido penetrante, amostras isentas de defeitos superficiais foram indentadas com penetrador Vickers, de forma que o defeito "extrínseco" introduzido não atrapalhasse os limites da marca piramidal, isto é, que não fossem originadas microfissuras. Ensaios preliminares haviam mostrado que cargas até o limite de 30 Kgf não causavam trincas de borda ou de extremidade, portanto, utilizaram-se cargas de 5, 10, 15, 20 e 30 Kgf.

Cada tamanho de indentação foi medido com microscópio ótico antes e após o recozimento e observou-se que não houve alteração das dimensões.

Uma série de amostras indentadas foram recozidas a $1500^\circ C$ por 2 horas e ensaiadas sob flexão a 4 pontos em máquina universal de ensaios Instron.

Também foram ensaiadas amostras sem recozimento e todos os resultados representam os valores médios para 10 corpos de prova.

Da mesma forma algumas amostras imersas em solução de silicone, foram indentadas e imediatamente ensaiadas. Outras, foram acondicionadas em silicone e periodicamente ensaiadas para se verificar a influência do tempo de envelhecimento na resistência mecânica, isto é, o possível crescimento sub-crítico de trincas.

Foram feitas medidas de rugosidade em amostras naturais, retificadas, e retificadas e polidas, para avaliar o efeito do acabamento superficial nos resultados do ensaio de resistência mecânica.

O tamanho médio dos grãos e dos defeitos intrínsecos na região de fratura foram observados e estatisticamente medidos por microscopia eletrônica de varredura.

3. RESULTADOS

Após o cuidadoso processamento adotado e a seleção criteriosa dos corpos de prova, notou-se que não ocorreu penetração de mercúrio em análises de porosimetria até pressão de 35 MPa, isto é, as amostras não possuíam poros abertos maiores que 0,04 μm .

Da análise estatística das micrografias observou-se que as amostras apresentaram uma microestrutura fina com tamanho médio de grão em torno de 2,5 μm e máximo de 7,5 μm , referente a grãos que tiveram crescimento anormal, Figura 1.

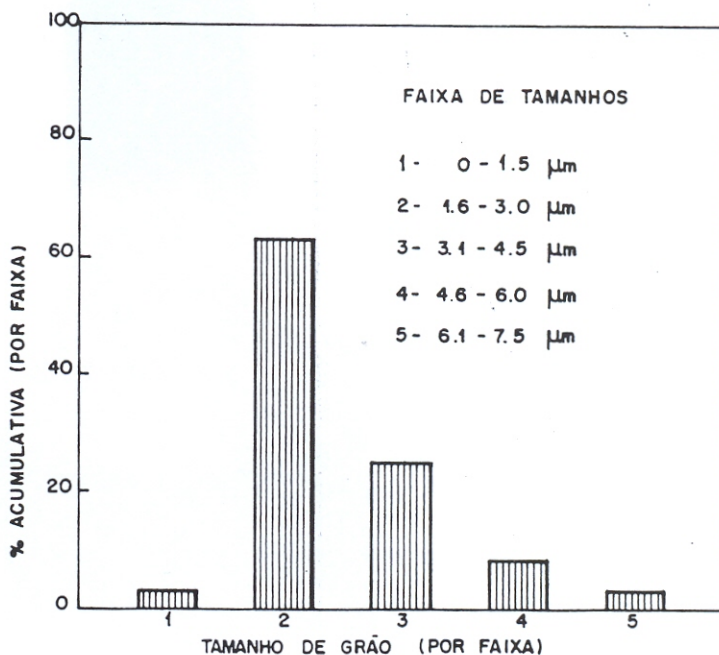


Figura 1: Distribuição dos tamanhos de grão por faixa em porcentagem acumulativa.

O emprego dos resultados dos ensaios mecânicos em gráfico do tipo $\bar{\sigma}$ versus $c^{-1/2}$, onde $\bar{\sigma}$ é a resistência média à flexão e c é metade do tamanho da indentação, permitiu calcular o tamanho do defeito intrínseco crítico, conforme será explicado a seguir, através do ponto de inflexão no gráfico referente às amostras recozidas (Figura 2).

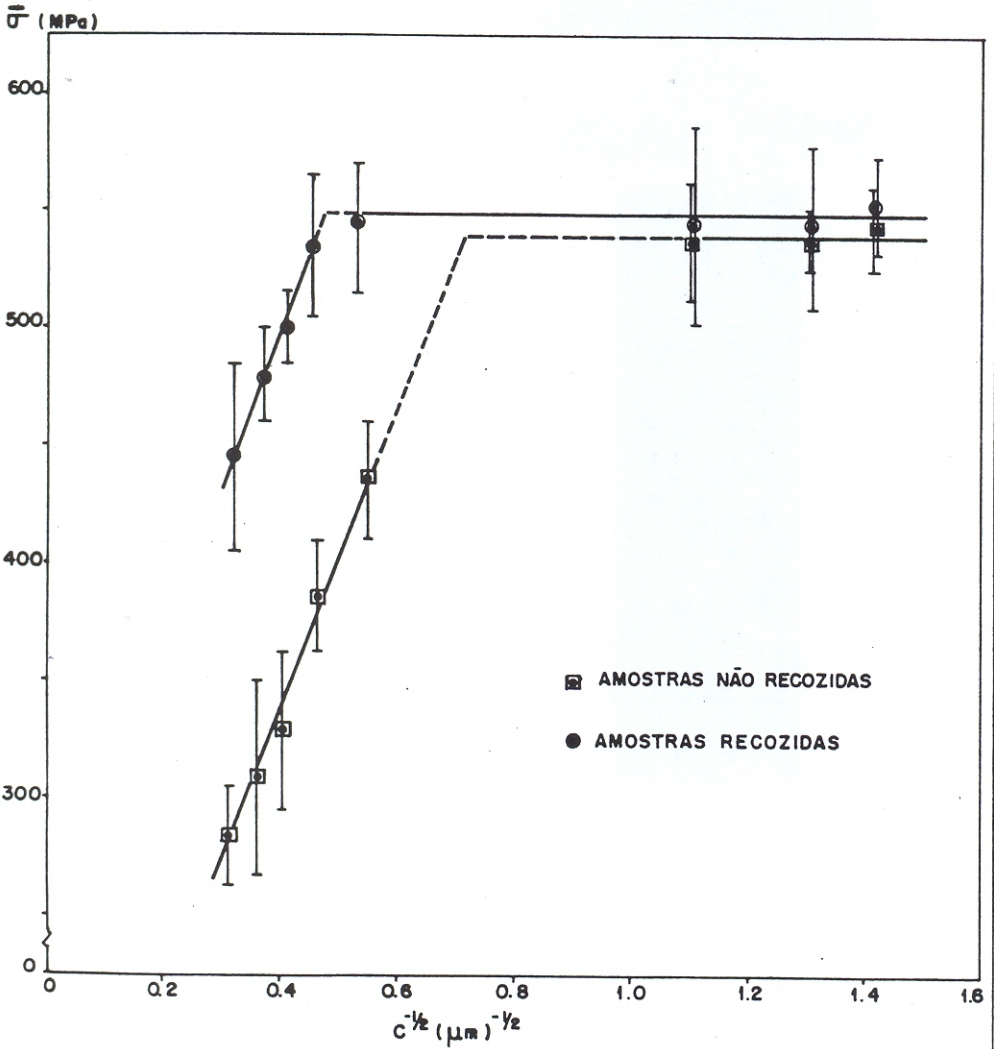


Figura 2: Resistência média à flexão em função do tamanho da indentação.

Os tamanhos dos defeitos relativos aos 5 pontos iniciais das 2 curvas foram determinados como metade das diagonais das indentações e os últimos 3 pontos através das medidas de rugosidade.

Pelo comportamento das amostras que sofreram recozimento, é possível observar que ocorre significativa queda nos valores de resistência mecânica com o aumento do tamanho dos defeitos a partir de aproximadamente $5 \mu\text{m}$ (diagonal da indentação), e que defeitos menores não modificaram os resultados, ou seja, a resistência mecânica independe do tamanho dos defeitos de superfície, ou falhas extrínsecas, cujos tamanhos sejam inferiores ao do defeito intrínseco (aspecto previsto por Rice [3,4,5]). Portanto, o defeito intrínseco mais severo deve ser de aproximadamente $5 \mu\text{m}$.

No entanto, quando se observa a curva obtida no ensaio das amostras que não foram recozidas, embora o comportamento mecânico seja similar, é bastante claro que os valores de $\bar{\sigma}$ são inferiores além de uma maior dispersão de resultados. Esse fato indica que o tratamento térmico alivia as tensões residuais acumuladas no estágio de indentação. Assim, o abrandamento das tensões permite avaliar com maior exatidão a influência do tamanho de defeito extrínseco sobre a resistência do material. Uma outra possibilidade seria o aparecimento de microtrincas originadas pelas indentações. Entretanto, análises microscópicas e com líquido penetrante somente revelaram tal fenômeno para indentações iguais ou maiores que $32 \mu\text{m}$, sendo que a maior utilizada na Figura 2 foi de $20 \mu\text{m}$. Além disso, se esse fosse o caso, esperar-se-ia uma diferença na inclinação das retas da Figura 2, o que não ocorre.

Enquanto a queda de resistência mecânica das amostras recozidas só é sensível para defeitos superiores a $9 \mu\text{m}$, amostras não recozidas já danificam-se com defeitos de $4 \mu\text{m}$, pois a este defeito está aliada a contribuição de tensões residuais de aproximadamente 160MPa (diferença entre as retas inclinadas da Figura 2 e descontada a diferença entre os patamares).

Procurando ainda assegurar que outros defeitos, além da indentação, não interferissem na análise em questão, foram analisadas as características superficiais das amostras. Obteve-se por medidas de rugosidade que os defeitos de superfície têm tamanho bem inferior ao tamanho do defeito intrínseco crítico, e que sua influência, pode ser desconsiderada. Amostras em estado natural, retificada, e retificada e polida mostraram rugosidades bastante baixas (Figura 3). Ressalta-se ainda o fato dos corpos de prova romperem-se exatamente nos locais demarcados pela indentação, em contraste à ruptura aleatória das amostras não indentadas.

Determinações independentes por microscopia eletrônica de varredura nas regiões de fratura de amostras não indentadas, puderam confirmar que os possíveis defeitos intrínsecos do material tinham tamanhos de $5,0 \mu\text{m}$ (poro de maior tamanho) a $7,5 \mu\text{m}$ (maior grão), Figura 4.

Atenção também foi dada à possível degradação mecânica do material ou fadiga estática. Os resultados reportados na Figura 5 não indicaram crescimento sub-crítico dos defeitos até 60 dias após a indentação. Isso assegurou não haver alteração do tamanho dos defeitos medidos pela microscopia ótica e usados na elaboração da Figura 2.

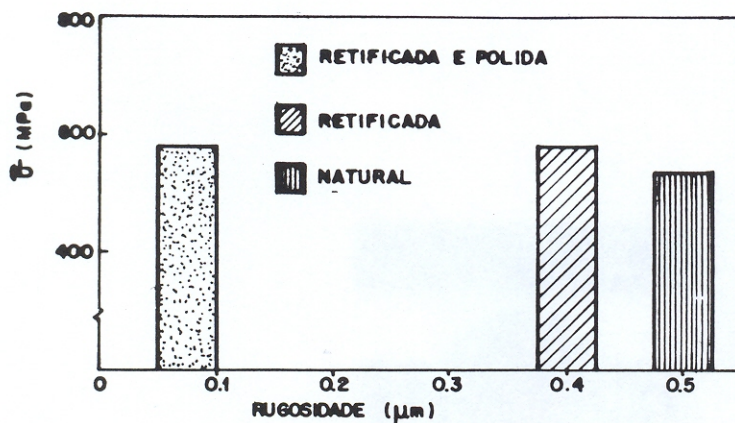


Figura 3: Resistência média à flexão em função da rugosidade superficial para diferentes acabamentos de superfície.

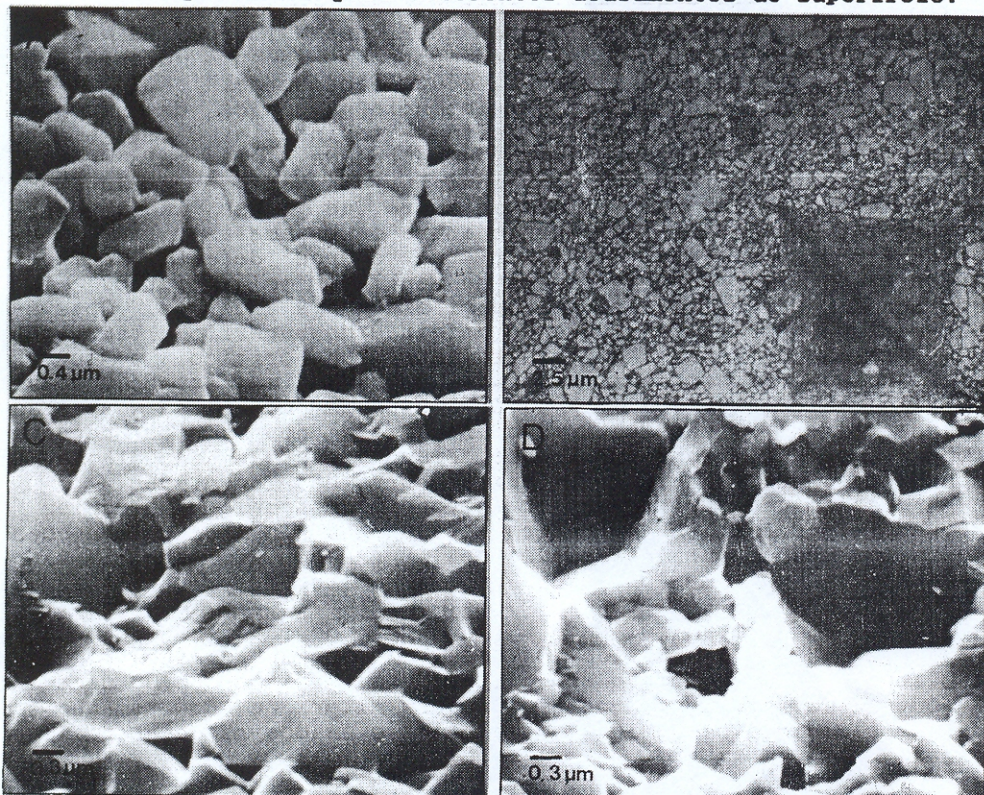


Figura 4: Aspectos micrográficos das amostras: (A) homogeneidade micro-estrutural; (B) indentação ou defeito induzido; (C) superfície de fratura; (D) defeitos intrínsecos (poros).

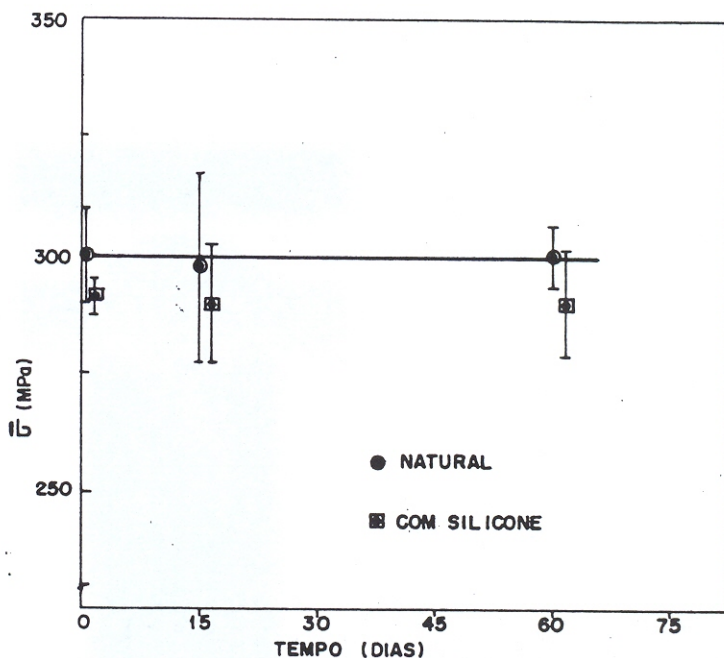


Figura 5: Resistência média à flexão em função do tempo de envelhecimento após indentação. O comprimento médio do defeito inicial era $13,4 \mu\text{m}$.

4. CONCLUSÕES

Sabe-se que defeitos intrínsecos ao material tais como grãos grandes na superfície ou abaixo dela, aglomerados, poros, partículas de inclusões ou falhas superficiais afetam a resistência mecânica dos materiais cerâmicos.

O objetivo principal deste trabalho foi desenvolver uma técnica para se determinar o tamanho do defeito intrínseco mais severo, e os resultados permitem concluir que:

As indentações provocam tensões residuais que podem resultar em microtrincas a partir das bordas das indentações. Verificou-se este fenômeno para indentações maiores que $32 \mu\text{m}$. Assim, mesmo em corpos de prova com indentações menores, foi necessário recozer as amostras para se aliviar as tensões residuais. Tal procedimento foi essencial para se determinar o tamanho do defeito intrínseco crítico.

Acabamentos superficiais que conduzam a tamanhos de defeitos superficiais inferiores ao tamanho dos defeitos intrínsecos não afetam significativamente a resistência do corpo cerâmico, que é limitada pela microestrutura do material.

Não se verificou alteração das dimensões dos defeitos existentes, nem a consequente degradação temporal da resistência mecânica ou crescimento sub-crítico de trincas, sob o nível de tensões residuais induzidas pelas indentações (160 MPa).

O emprego da técnica de indentação, com cargas inferiores às que originam microtrincas, associada ao recozimento das amostras

indentadas, possibilita a determinação do tamanho de defeito intrínseco crítico.

Na alumina estudada o tamanho do defeito crítico foi estimado em $9 \mu\text{m}$ pela técnica de indentação, enquanto que o maior grão observado por microscopia eletrônica de varredura tem $7.5 \mu\text{m}$. A concordância, portanto, é muito boa.

5. AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao Prof. Angelo Rubens Migliore Júnior do DEMA pela análise crítica do manuscrito.

6. REFERÊNCIAS

1. Migliore Jr., A.R. e Zanotto, E.D. - "Propriedades Mecânicas dos Materiais Cerâmicos: uma Introdução". Cerâmica (1991) aceito.
2. Davidge, R.W. and Evans, A.G. - "Strength of Ceramics". Mat. Sci. Eng., 6(1970) 281-298.
3. Rice, R.W. - "Microstructure Dependence of Mechanical Behavior of Ceramics", in Properties and Microstructure - Treatise on Materials Science and Technology, R.K. Mac Crone, Academic Press, p.199-381, New York (1977).
4. Rice, R.W. et alli - "Microstructural Dependence of Fracture Mechanics Parameters in Ceramics", in Fracture Mechanics of Ceramics, Ed. R.C. Bradt, D.P.H. Hasselman and F.F. Lange, Plenum Press; v.4, p.849-876, New York (1978).
5. Rice, R.W. - "Strength Grain Size Effects in Ceramics". Proc. Brit. Ceram. Soc., 20(1972) 205-257.