



Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Centro de Tecnologia e Ciências

Faculdade de Engenharia

Matheus Costa Ximenes


**Análise da Tenacidade à Fratura para o Carbetto de Boro a Partir dos
Ensaio de Dureza Vickers e Knoop**

Rio de Janeiro

2016

Matheus Costa Ximenes

Análise da Tenacidade à Fratura para o Carbetto de Boro a Partir dos Ensaios de Dureza Vickers e Knoop



Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

Orientador: Prof. José Brant de Campos

Rio de Janeiro

2016

CATALOGAÇÃO NA FONTE
UERJ/REDE SIRIUS/BIBLIOTECA CTC/E

X6 Ximenes, Matheus Costa.
Análise da tenacidade à fratura para o carboneto de boro a partir dos ensaios de dureza Vickers e Knoop / Matheus Costa Ximenes. - 2016.
75 f.

Orientadores: José Brandt de Campos
Dissertação (Mestrado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia.

1. Engenharia Mecânica. 2. Boro – Dissertações. 3. Sinterização - Dissertações. 4. Mecânica da fratura - Dissertações. 5. Resistência de materiais - Dissertações. I. Campos, José Brandt de. II. Universidade do Estado do Rio de Janeiro. III. Título.

CDU 621

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, desde que citada a fonte.

Assinatura

Data

Matheus Costa Ximenes

**Análise da Tenacidade à Fratura para o Carbetto de Boro a Partir dos Ensaio de
Dureza Vickers e Knoop**

Dissertação apresentada, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade do Estado do Rio de Janeiro.

Aprovada em 26 de outubro de 2016.

Banca examinadora:

Prof. Dr. José Brant de Campos (orientador)
Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ

Prof. Dr. Francisco José Da Cunha Pires Soeiro
Universidade do Estado do Rio de Janeiro - UERJ

Prof. Dr. Marco Antonio Santos Pinheiro
Instituto Politécnico – IPRJ/UERJ

Prof. Dr. Rogério Navarro Correia de Siqueira
Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro – PUC-Rio

Rio de Janeiro

2016

DEDICATÓRIA

A minha família por tudo.

Aos meus orientadores pelo exemplo e incentivo.

A minha esposa, amiga e companheira, Adelly Poyares.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor José Brant de Campos, pela brilhante orientação, apoio, confiança e amizade no decorrer de todo o trabalho.

Ao Professor Marco Antonio Santos Pinheiro, pelo apoio, confiança e orientação ao longo dos primeiros anos de trabalho.

Ao Laboratório de Caracterização de Materiais, pela liberação e utilização de seus recursos para execução deste trabalho. Em especial aos colegas professores e funcionários.

Aos funcionários e Professores do curso de pós-graduação em Ciência e tecnologia dos Materiais.

Aos colegas do curso pós-graduação em Ciência e tecnologia dos Materiais.

Aos Professores Eduardo Martins Sampaio, Helson Moreira da Costa, Marco Antonio Santos Pinheiro, Norberto Cella, Gil de Carvalho, Mônica Calixto de Andrade, Rogério Martins Saldanha da Gama e Jose Julio Pedrosa Filho pelos ensinamentos cedidos em sala de aula.

Ao aluno de Doutorado e amigo, Ricardo Alexandre Couto, pelo auxílio na etapa de coleta de dados do trabalho.

À FAPERJ pelo suporte financeiro.

A mente que se abre a uma nova ideia
jamais voltará ao seu tamanho original.

Albert Einstein

RESUMO

XIMENES, M. C. *Análise da tenacidade à fratura para o carbeto de boro a partir dos ensaios de dureza vickers e knoop*. 2016. 75 f. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

A presente dissertação tem como objetivo o estudo dos modelos de cálculo da tenacidade à fratura em cerâmicas de elevada dureza, a partir de dados obtidos com o ensaio de microdureza Vickers e Knoop. Os ensaios de dureza Vickers e Knoop são técnicas utilizadas para avaliação da dureza superficial a partir da penetração de uma indentação piramidal de base quadrada no método Vickers e base losangular no método Knoop. Para a avaliação de materiais de elevada dureza, como as cerâmicas especiais, estas técnicas são as mais adequadas e são complementares. Na realização desses ensaios em materiais de altíssima dureza é comum a ocorrência de trincas superficiais resultantes da indentação do penetrador sobre a superfície do material. A ocorrência desse fenômeno pode permitir a avaliação de propriedades mecânicas desses materiais especiais, como limite de resistência e tenacidade à fratura. Para a realização deste estudo foram apresentadas medidas realizadas nas trincas das amostras de carbeto de boro sinterizado, avaliando em destaque a propriedade tenacidade à fratura através de modelos matemáticos, formulados com base na mecânica da fratura, como por exemplo, o de Gong. A partir de medidas realizadas após o ensaio de indentação foi possível o cálculo de valores de tenacidade à fratura, permitindo o desenvolvimento de uma metodologia de utilização destes ensaios.

Palavras-chave: Dureza Vickers; Dureza Knoop; Tenacidade a Fratura; Carbeto de Boro.

ABSTRACT

XIMENES, M. C. *Analysis of fracture toughness for carbide boro from the vickers and knoop hardness tests*. 2016. 75 f. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2016.

This dissertation has the objective of study the fracture toughness calculation models in ceramics of high hardness, from data obtained with the test Vickers and Knoop hardness. The Vickers and Knoop hardness tests are techniques used to evaluate the surface hardness from the penetration of a pyramidal indenter square base in Vickers method and lozenge base in Knoop method. For the evaluation of high hardness materials, such as special ceramics, these techniques are the most appropriate and complementary. In carrying out such assays in high hardness materials it is common the occurrence of surface cracks resulting from the indentation of the indenter on the surface of the material. The occurrence of this phenomenon can allow the evaluation of mechanical properties of these special materials such as tensile strength limit and fracture toughness. In this study were presented measurements performed on cracks of sintered boron carbide samples, evaluating highlighted fracture toughness property for using mathematical models, formulated based on fracture mechanics, for example, Gong. From measurements taken after the indentation test was possible to calculate fracture toughness values, allowing the development of a methodology of using these tests.

Keywords: Vickers hardness; Knoop hardness; Fracture toughness; Boron carbide.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1: Colete militar (esq.) e placa balística (dir.).....	21
Figura 2: Viatura especial sobre rodas Piranha IIC 8X8.....	22
Figura 3: (esq.) Indentador Vickers; (dir.) esquema de indentação.....	24
Figura 4: (esq.) Indentador Knoop; (dir.) esquema de indentação.....	25
Figura 5: (a) forças atrativa, repulsiva e total em função da distância interatômica; (b) Energias atrativa, repulsiva e total em função da separação interatômica dos dois átomos	27
Figura 6 - Curva da tensão de coesão entre os átomos em função da distância interatômica ..	28
Figura 7 - Trinca Elíptica em uma chapa infinita.....	30
Figura 8: Valores de kT para carregamento axial de uma barra	31
Figura 9: (c) Valores de kT para placa com furo; (d) Valores de kT para eixo com rasgo de chaveta em torção.	32
Figura 10: Trinca de Griffith	33
Figura 11: Modelo para o cálculo da taxa de liberação da energia elástica	33
Figura 12: Variação de energia com o comprimento da trinca;	34
Figura 13: Modos básicos de carregamento de trincas.....	36
Figura 14: (a) Sólido infinito com trinca vazante submetido à tensão σ (b) Coordenadas polares e tensões em um ponto nas vizinhanças da trinca.....	37
Figura 15: Curvas de calibração para Y para três geometrias trinca-placa simples	38
Figura 16: Valores críticos de kI em função da espessura do corpo de prova.....	39
Figura 17: Ilustração esquemática dos tipos de trincas: (a) Mediana e Radial-mediana, (b) Lateral e (c) Palmqvist. Fonte: DIAS, 2004, p. 28.	41
Figura 18: Estado tridimensional de tensões	42
Figura 19: Trinca mediana.....	42
Figura 20: Representação de uma trinca elíptica (esq.) e Gráfico para cálculo de M_K (dir.)...	48
Figura 21: Tenacidade à fratura em função do tamanho de grão. Fonte: LEE E SPEYER, 2002, p. 1292.	50
Figura 22: Tenacidade à fratura em função a densidade terminal. Fonte: LEE E SPEYER, 2002, p. 1292.	51
Figura 23: Amostra de carbeto de boro embutida em baquelite.....	53
Figura 24: Politriz automática	54
Figura 25: Microdurômetro Panambra HXD-1000TM	55

Figura 26: Imagem da régua de precisão, aumento de 40X.	55
Figura 27: Exemplo de impressões de indentações Knoop inaceitáveis. Fonte: RIBEIRO, DE LIMA, 2008, p. 39.	58
Figura 28: Impressões não utilizadas devido a influencia de poros no crescimento da trinca.	58
Figura 29: Impressões Knoop válidas	59
Figura 30: Exemplo de impressões de indentações Vickers inaceitáveis. Fonte: RIBEIRO, DE LIMA, 2008, p. 33.	59
Figura 31: Impressões Vickers válidas	60
Figura 32: Esquema de medições para impressão vickers	61
Figura 33: Gráfico de dureza Vickers em função carga de indentação aplicada.....	61
Figura 34: Gráfico de K_{ic}/k em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Vickers	62
Figura 35: Gráfico de K_{ic} em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Vickers.	63
Figura 36: Esquema de medições para impressão Knoop	65
Figura 37: Gráfico de dureza Knoop em função carga de indentação aplicada	65
Figura 38: Gráfico de K_{ic}/k em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Knoop	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1: Algumas propriedades do B ₄ C	21
Tabela 2: Limite de escoamento e tenacidade à fratura em deformação plana e temperatura ambiente	40
Tabela 3: Equações usadas por Latifi para o cálculo de K _{Ic} . Fonte: LATIFI, 2014, p. 394.....	52
Tabela 4: Resultados das medições das impressões do ensaio de dureza Vickers em metros .	60
Tabela 5: Resultados das medições das impressões do ensaio de dureza Knoop em metros...	64

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
ASM	American Society for Microbiology
UERJ	Universidade do Estado do Rio de Janeiro
LaCaM	Laboratório de Caracterização de Materiais
p.	Página
cr	Crítico
max	Máximo
pol.	Polegada
comp.	Comprimento
med.	Médio

LISTA DE SÍMBOLOS

K_I	Fator de intensidade de tensões para o modo I de carregamento
K_{Ic}	Tenacidade à fratura
K_T	Concentração de tensões
K_r	Fator de intensidade de tensão residual
K_a	Fator de intensidade de tensão aplicada
χ	Fator de tensão residual
H	Dureza
HV	Dureza Vickers
HK	Dureza Knoop
P	Carga Aplicada
A	Área
D	Diâmetro
C_p	Fator de correção
Y	Fator geométrico
B	Espessura no qual o material muda o seu comportamento
π	Constante Pi
ν	Constante de Poisson
x, θ	Variável qualquer
f	Função
λ	Período
L	Comprimento da impressão
F	Força Mecânica
F_A	Força Atrativa
F_R	Força Repulsiva
F_T	Força Total
E	Energia, Módulo de Elasticidade
E_A	Energia Atrativa
E_R	Energia Repulsiva
E_T	Energia Total: atrativa mais repulsiva
U_E	Energia de deformação elástica liberada
U_S	Energia para a criação da superfície de fratura

U	Energia Total: deformação elástica liberada mais a de criação da superfície de fratura
G	Energia elástica
σ	Tensão
σ_c	Resistência teórica de coesão
σ_e	Limite de Escoamento
γ_s	Tensão Superficial
γ_p	Tensão Superficial contribuída pela deformação plástica
γ_E	Tensão Superficial contribuída pela deformação elástica
ε	Deformação
a	Comprimento de trinca, Metade da maior distância em uma elipse
b	Distância interatômica, Metade da menor distância em uma elipse
c	Metade do comprimento total de trinca
ρ	Raio de curvatura da elipse
β	Ângulo que define o ponto no perímetro da elipse cujo fator de intensidade é K_I .
ϕ	Metade do ângulo entre as faces do indentador, integral aléptica
M_K	Fator de correção
Q	Parâmetro de forma de trinca
ξ_0, ξ	Constante adimensional
k	Coefficiente adimensional
B ₄ C	Carbeto de Boro
B ₁₃ C ₂	Carbeto de Boro (variação estequiométrica)
TiB ₂	Diboreto de titânio
sen	Seno
cotg	Cotangente
°C	Grau Celcius
g	Gramas
μm	Micrometro
mm	Milímetro
cm	Centímetro
m	Metro
kgf	Kilograma-força
N	Newton
GPa	Giga Pascal

Mpa Mega Pascal
Psi Libra por polegada quadrada
Ksi Mil libras por polegada quadrada
 $\int dr$ Integral em função de r
 ∂ Derivada parcial

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	17
1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	20
1.1. CARBETO DE BORO	20
1.2. ENSAIOS DE DUREZA POR INDENTAÇÕES	23
1.2.1. MICRODUREZA VICKERS.....	23
1.2.2. MICRODUREZA KNOOP	25
1.3. MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA	26
1.3.1. RESISTÊNCIA DE COESÃO TEÓRICA DOS MATERIAIS	26
1.3.2. ABORDAGEM POR ANÁLISE DE TENSÕES.....	30
1.3.3. ABORDAGEM BASEADA NO BALANÇO ENERGÉTICO, MODELO DE GRIFFITH	32
1.3.4. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO	35
1.4. TIPOS DE TRINCAS.....	40
1.4.1. TRINCA MEDIANA	41
1.4.2. TRINCA LATERAL	42
1.4.3. TRINCA PALMQVIST	43
1.4.4. TRINCA RADIAL	43
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	44
2.1. MODELO MATEMÁTICO PARA O ENSAIO VICKERS PELO MÉTODO DE TRINCAS RADIAIS	45
2.2. MODELO MATEMÁTICO PARA O ENSAIO KNOOP PELO MÉTODO DE TRINCAS RADIAIS	46
2.3. ESTADO DA ARTE DO CÁLCULO DE TENACIDADE À FRATURA NO CARBETO DE BORO	49
3. MATERIAIS E MÉTODOS.....	53
3.1. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA	53
3.2. ENSAIO DE MICRODUREZA	54
4. RESULTADOS E DISCURSÕES.....	57
4.1. ENSAIOS VÁLIDOS	57
4.2. RESULTADOS PARA O ENSAIO VICKERS	60
4.3. RESULTADOS PARA O ENSAIO KNOOP	64

5. CONCLUSÕES.....	68
6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	69
REFERÊNCIAS	70
APÊNDICE A – MEMORIAL DE CÁLCULO PARA O ENSAIO KNOOP	74
APÊNDICE B – MEMORIAL DE CÁLCULO PARA O ENSAIO VICKERS.....	75

INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos são os materiais mais antigos utilizados pelo homem, devido a sua abundância na natureza e são compostos formados entre elementos metálicos e elementos não-metálicos. Suas ligações inter-atômicas são iônicas ou covalentes e em sua maioria os materiais cerâmicos são formados por óxidos, nitretos e carbetos. A areia de praia e as rochas naturais são exemplos de cerâmicas em seu estado natural e são utilizados há milênios. Nos dias de hoje, as cerâmicas continuam com enorme importância e são comumente utilizadas em muitos componentes tecnológicos, como refratários, velas de ignição, dielétricos capacitores, sensores, abrasivos, entre outros.^{[1][2]}

Os materiais de elevada dureza conhecidos na natureza são cerâmicas sólidas covalentes baseadas no carbono, boro ou nitrogênio. O carbetos de boro é uma cerâmica covalente formada por carbono e boro, em sua forma mais estável possui composição estequiométrica B_4C . É o terceiro material mais duro conhecido, atrás apenas do diamante e do nitreto de boro cúbico. Além da elevada dureza, o carbetos de boro é bastante resistente à corrosão, possui uma baixa densidade, com um comportamento refratário e um alto ponto de fusão ($2450^{\circ}C$). Devido a estas características, os produtos sinterizados deste sistema são comumente utilizados em componentes resistentes a abrasão, em sistemas de tratamento de superfície e material de proteção em condições severas, além de blindagens leves.^{[3][4]}

Os ensaios de dureza por indentações são utilizados para caracterização de propriedades mecânicas dos materiais, pois estes ensaios podem fornecer valores confiáveis de limite de resistência, limite de escoamento, módulo de elasticidade, tenacidade à fratura, além do valor da dureza. Na aplicação de uma força por um indentador no material de amostra são geradas tensões que causam deformações no regime elástico e plástico do material de maneira análoga ao ensaio de tração. A partir de modelos matemáticos pode-se calcular a propriedades como o limite de escoamento, o limite de resistência e o módulo de elasticidade.^[5]

Dentre os tipos de caracterização de materiais, as técnicas de indentação têm sido umas das melhores opções para determinação de propriedades mecânicas dos materiais devido a uma série de vantagens:^[5]

- É um técnica relativamente barato, quando comparado a outras técnicas de caracterização;
- Facilmente encontrado em laboratórios;
- Ocupa um pequeno espaço físico, ensaiando pequenas amostras;
- O ensaio é rápido e pode-se realizar uma extensa coleta de dados na superfície da amostra.
- A preparação de amostra é relativamente simples, sendo que após uma extensa coleta de dados e em seguida aplicando-se um polimento a amostra volta a apresentar sua superfície pronta para novas amostragens.

A determinação da tenacidade à fratura (K_{Ic}) depende da possível formação de trincas durante o ensaio de microdureza. Pode-se exemplificar tal situação com o ensaio usual para a determinação de K_{Ic} , onde o corpo de prova, que possui uma pré-trinca formada por fadiga do material, recebe uma determinada tensão, o que conseqüentemente gera um fator de intensidade de tensões (K_I) no qual sua grandeza é aumentada no decorrer do tempo até ocorrer o crescimento da trinca existente no corpo de prova, neste momento o valor de K_I passa a ser crítico, sendo assim chamado de tenacidade à fratura. De maneira análoga ao ensaio para determinação do K_{Ic} , a tensão no corpo de prova do ensaio de dureza diminui em função da distância da indentação, ou seja, a tensão máxima (crítica) que pode ser aplicada ao material para que não haja crescimento da trinca é aquela atuante na ponta da trinca no momento da indentação. Conhecendo-se esta tensão, torna-se possível descobrir o valor de K_{Ic} a partir do ensaio de dureza. Um parâmetro a ser determinado é a tensão para o ensaio de dureza Knoop.^[6]

Existem modelos finalizados para o cálculo de tenacidade à fratura a partir de indentações piramidais Vickers, mas são escassos os estudos para o indentador Knoop, então uma possível adaptação de modelos será apresentada no decorrer do estudo. Os principais pesquisadores para a indentação Vickers são Dias^[5] e Braun^[6] e para indentação Knoop são Kinoshita^[7], Lube e Fett^[8] e Gong e Guan^[9].

Entretanto, apesar de existência de estudos sobre o assunto existem limitações girando em torno dos resultados:^[5]

- Nenhum dos pesquisadores que estudaram o ensaio Knoop chegou a um modelo matemático que forneça diretamente o valor de tenacidade à fratura, o que justifica a importância deste estudo;
- Por ser um aproveitamento do ensaio de dureza, o equipamento não possui um dispositivo próprio para medição das trincas superficiais da amostra, podendo gerar uma falta de precisão em suas medições;
- Os modelos formulados assumem diferentes tipos de trincas: radiais ou Palmqvist;
- Existe uma diversidade de equações para a determinação de K_{Ic} a partir do ensaio Vickers;

O presente trabalho objetiva avaliar a tenacidade à fratura, K_{Ic} , de amostras de carbeto de boro sinterizado que possui a forma estequiométrica B_4C . Serão utilizados modelos matemáticos, onde os dados são obtidos a partir de impressões e trincas produzidas em amostras pela técnica de ensaio de dureza com indentações Vickers e Knoop. Assim será possível obter-se valores razoáveis de tenacidade à fratura.

1. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste Capítulo será apresentada a fundamentação teórica sobre o carbeto de boro, os dois tipos de ensaios de dureza, um estudo sobre a mecânica da fratura linear elástica e os tipos de trinca. Essa fundamentação se torna necessária para um bom entendimento dos termos e explicações apresentadas no presente trabalho.

1.1. CARBETO DE BORO

Atualmente os materiais mais duros conhecidos são sólidos covalentes baseados no carbono, boro ou nitrogênio. O carbeto de boro é uma cerâmica covalente formada por carbono e boro, em sua forma mais comum é apresentado pela nomenclatura B_4C , mas dependendo de sua concentração final também se apresenta em outras configurações como $B_{13}C_2$.^[3]

O composto B_4C foi descoberto em 1858, mas somente em 1883-1884 Joly e Moissan efetivamente identificaram e prepararam os compostos B_3C e B_6C , sendo que em 1934 Ridgeway sugeriu a fórmula B_4C .^{[3][10]}

O carbeto de boro possui como característica principal uma elevadíssima dureza, sendo o terceiro material mais duro conhecido, atrás apenas do diamante e do nitreto de boro cúbico, porém apresenta um processamento menos complexo, entre os três.^[4] Além da elevada dureza o carbeto de boro é bastante resistente à corrosão, possui uma baixa densidade ($2,52g/cm^3$), tem comportamento refratário e um alto ponto de fusão ($2450^\circ C$), módulo de elasticidade de 450 GPa, resistência à flexão da ordem de 150 a 350 MPa. Entretanto, o B_4C apresenta baixa ductilidade, elevado custo de fabricação, oxidação ao ar em baixas temperaturas e apresenta uma certa dificuldade para sinterização, estes dados podem ser melhor apreciados na Tabela 1. Devido a estas características os produtos sinterizados deste sistema são comumente utilizados em:^{[10][11]}

- Componentes resistentes a abrasão;
- Ferramentas de corte;
- Sistemas de tratamento de superfície;
- Material de proteção em condições severas;
- Absorvedor de nêutrons em reatores nucleares;
- Semicondutores de alta temperatura;

- Blindagens balísticas.

Tabela 1: Algumas propriedades do B₄C

Densidade	Ponto de Fusão	Módulo de Elasticidade	Resistência à flexão
2,52g/cm ³	2450°C	450 GPa	150 a 350 Mpa

Durante da primeira guerra mundial o material utilizado como blindagem era o aço, porém com o advento de novos e maiores poderes de fogo proveniente da segunda guerra mundial as espessuras das blindagens dos carros de combate se apresentaram em até vinte vezes maior, acarretando um excesso de peso. As tropas, os carros de combate e as forças aeronavais precisavam de um material que fosse capaz de parar ou desviar a trajetória de um projétil, com a menor densidade possível. O primeiro material que atendeu estas expectativas foi a alumina (óxido de alumínio) sinterizado e no início dos anos 60 a empresa Norton Company começou a utilizar o carbeto de boro em blindagens. A baixa densidade do carbeto de boro (2,52g/cm³) proporciona um peso de aproximadamente 30% menor, quando comparado à alumina (3,96 g/cm³), sendo respeitado o mesmo volume. Desde então, os dois materiais são comumente utilizados em blindagens balísticas.^[10]

A figura 1 mostra um colete militar e duas placas balísticas que dependendo do nível de desempenho balístico em função da ameaça balística imposta pelas balas e cartuchos, serão inseridas ou não no colete.^[12]



Figura 1: Colete militar (esq.) e placa balística (dir.)

A figura 2 apresenta carro blindado que contém em sua lateral placas balísticas cerâmicas intracambiáveis, que sobre alto impacto se transforma de um material sólido interiço para um material granular fragmentado.^[10]



Figura 2: Viatura especial sobre rodas Piranha III C 8X8

Na figura 3 está representado um projétil atingindo uma placa cerâmica, onde esta tem a função de quebrar a ponta do projétil quando, o mesmo, atinge a o alvo. A cerâmica se quebra, transferindo a carga para a retaguarda e devido a sua característica de dificuldade de penetração, elevada dureza, o que não deixa que o projétil prossiga sua trajetória.^[3]



Figura 3: Projétil atingindo uma placa cerâmica. Fonte: COSENTINO, 2006, p. 16.

1.2. ENSAIOS DE DUREZA POR INDENTAÇÕES

Os ensaios de indentação consistem em comprimir lentamente um penetrador esférico ou piramidal, de um material de altíssima dureza sobre uma superfície plana de um material mais macio a ser analisado, durante um determinado intervalo de tempo. Este fenômeno provocará uma impressão permanente na superfície da amostra com o formato do indentador. A dureza da amostra ensaiada pode ser calculada dividindo-se a carga aplicada e a área da impressão superficial. Logicamente, considerando-se carga e tempo constantes, quanto maior a penetração do indentador no material de amostra, maior será a impressão e menor será o valor de dureza. Neste tópico serão apresentados os penetradores do tipo Vickers e Knoop, que são os utilizados neste estudo.

1.2.1. MICRODUREZA VICKERS

O método Vickers utiliza um penetrador de diamante pirâmidal com base quadrática, com ângulo entre suas faces de 136° . O ensaio de microdureza Vickers é aplicado em uma superfície previamente polida e a dureza pode ser calculada pela equação abaixo:^[13]

$$HV = \frac{P}{A} = \frac{P}{C_p L^2} \quad (1)$$

Onde P é a carga aplicada em kgf, A é a área superficial de impressão em mm^2 , L é o comprimento da impressão ao longo do maior eixo em mm e C_p é um fator de correção relacionado ao formato do penetrador (idealmente 0,539258).

A figura 3 mostra uma imagem de um indentedor do método Vickers real e um esquema de indentação dando ênfase ao comprimento da diagonal d da impressão deixada e ao ângulo entre as faces da pirâmide (indentedor).^[13]

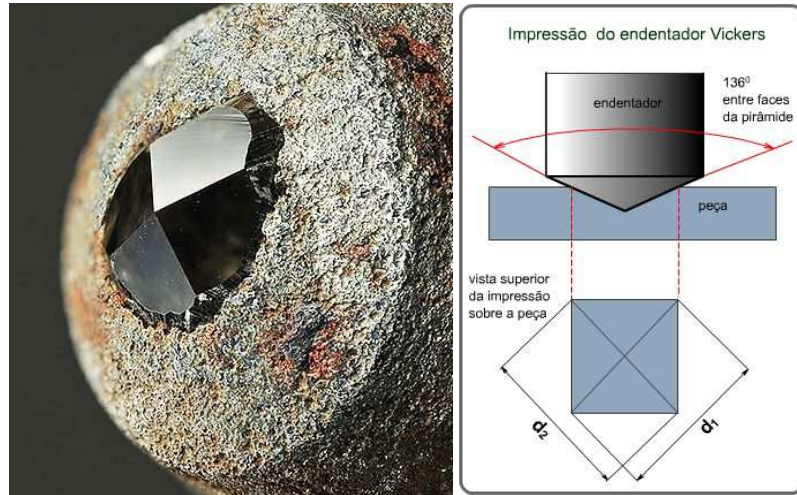


Figura 3: (esq.) Indentedor Vickers; (dir.) esquema de indentação.

Para medidas em cerâmicas avançadas, os penetradores Vickers são usados para criar recuos cujas diagonais projetadas de superfície são medidas por um microscópio óptico. O penetrador Vickers cria uma impressão quadrada a partir do qual os dois comprimentos diagonais projetados de superfície são medidos. A dureza Vickers é calculada a partir da relação entre a carga aplicada à área de contato das quatro faces do penetrador não deformada, como apresentado pela equação 1.^[16]

A norma que rege este ensaio de dureza em cerâmicas avançadas é a norma ASTM C1327 – 08 e foi seguida para realização das amostragens neste trabalho.^[14]

1.2.2. MICRODUREZA KNOOP

O método Knoop utiliza um penetrador de diamante pirâmidal com base losangular em uma superfície previamente polida, onde as duas diagonais de um recuo Knoop tem dimensões distintas. Idealmente, a diagonal de maior dimensão é 7,114 vezes mais longa do que a menor diagonal e a profundidade da indentação é de aproximadamente 1/30 do seu comprimento. Porém esta proporção é influenciada pela recuperação elástica do indentador após a aplicação da carga. O valor de dureza para este método pode ser calculada com uma equação semelhante a para o método Vickers modificando apenas o valor do fator de correção da geometria do penetrador C_p (neste caso idealmente 0,070279), assim:^{[13][15]}

$$HK = \frac{P}{A} = \frac{P}{C_p L^2} \quad (2)$$

Onde as variáveis são as mesmas da equação 1. A figura 4 mostra uma imagem de um indentador do método Knoop real e um esquema de indentação dando ênfase aos diferentes comprimentos das diagonais da impressão deixada e a diferenças entre os ângulos da face da pirâmide.

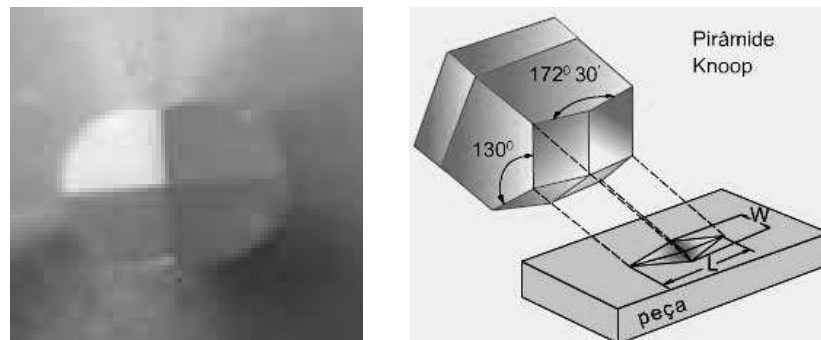


Figura 4: (esq.) Indentador Knoop; (dir.) esquema de indentação.

O penetrador Knoop não produz um recorte geométrico semelhante em função da força de ensaio. Por conseguinte, a dureza Knoop irá variar de acordo com a carga do ensaio. Devido à sua forma rômica, a profundidade de penetração é menor para uma indentação Knoop em comparação com uma indentação de Vickers sob condições de ensaio idênticas. As duas diagonais de um recuo Knoop são marcadamente diferentes. Assim, o penetrador Knoop é muito útil para avaliar os gradientes de dureza ou revestimentos finos de amostras seccionadas.^[15]

A norma que rege este ensaio de dureza em cerâmicas avançadas e foi seguida para realização das amostragens neste trabalho, é a ASTM E384 – 10^{E1}. [15]

1.3. MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA

A mecânica da fratura linear elástica estuda estruturas com defeitos (trincas), onde é suposto que os materiais desta estrutura se comportem como frágeis, desprezando-se o comportamento plástico. É considerada apenas a perda de energia para fratura frágil.

Explorando-se um melhor conhecimento da mecânica da fratura, será apresentado um estudo da resistência de um material perfeito (sem nenhum tipo de defeito) e em seguida de materiais reais.

1.3.1. RESISTÊNCIA DE COESÃO TEÓRICA DOS MATERIAIS

A resistência de coesão teórica dos materiais é a força necessária para assegurar a ligação entre os átomos. Excedendo essa força, os átomos separam-se totalmente. A força máxima que mantém a ligação atômica é chamada de resistência teórica de coesão do material. Muitas das propriedades físicas dos materiais podem ser previstas conhecendo-se as forças interatômicas que mantêm os átomos unidos. As forças interatômicas podem ser atrativas (F_A) ou repulsivas (F_R). A força total (F_T) entre os átomos é dada pela soma das forças atrativas e repulsivas: $F_T = F_A + F_R$. [16][17]

A energia (E) também está relacionada com a separação interatômica (simbologia análoga a da força). Energia e força estão relacionadas matematicamente por:

$$E = \int F dr \quad (3)$$

$$E_T = \int_{\infty}^r F_T dr \quad (4)$$

$$E_T = \int_{\infty}^r F_A dr + \int_{\infty}^r F_R dr \quad (5)$$

$$E_T = E_A + E_R \quad (6)$$

A figura 5 (a) apresenta o gráfico de forças atrativa, repulsiva e total em função da distância interatômica, força atrativa e a figura 5(b) mostra energias atrativa, repulsiva e total em função da separação interatômica dos dois átomos, é possível observar um valor de distância interatômica tal que a força é nula passando de uma força atrativa para uma força repulsiva e vice-versa. Esse mesmo ponto é um ponto de mínimo da energia.^{[16][17]}

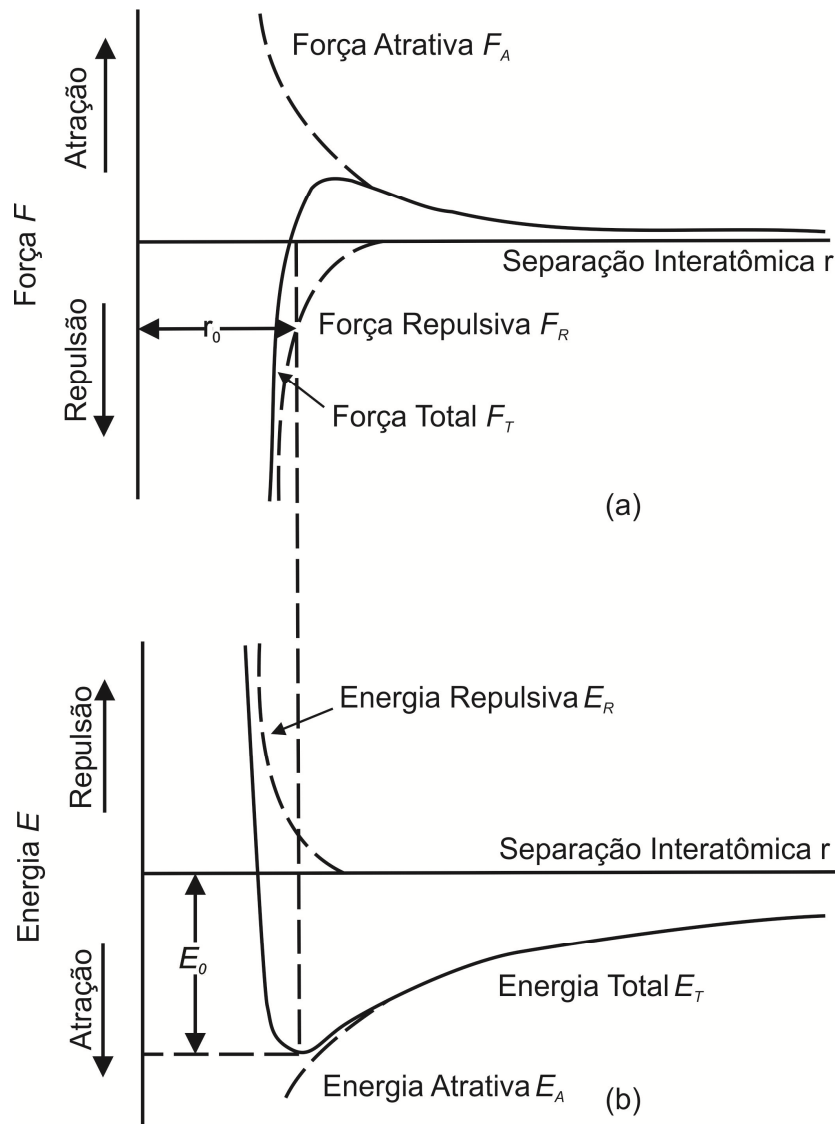


Figura 5: (a) forças atrativa, repulsiva e total em função da distância interatômica; (b) Energias atrativa, repulsiva e total em função da separação interatômica dos dois átomos

Inicialmente será feito o estudo dos materiais “perfeitos”, ou seja, será considerado um material que não apresente nem um tipo de defeito. Para isso, serão estudadas as forças de coesão interatômica, que em termos básicos determinam a resistência à fratura dos materiais.

Na figura 6, é possível observar uma estimativa para esta resistência em função da distância interatômica:

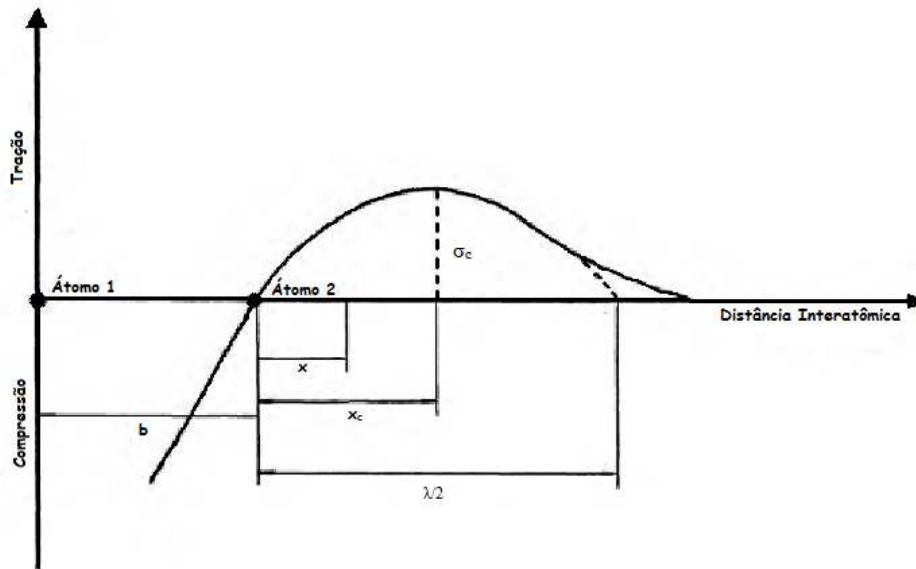


Figura 6 - Curva da tensão de coesão entre os átomos em função da distância interatômica. Fonte: BASTIAN, p. 3.2.

Quando um material é tracionado a distância interatômica aumenta, gerando uma força entre os átomos de sentido contrário ao tracionamento. Então, a força de tração aumenta até que seja máxima gerando uma tensão máxima, onde os átomos são separados. Nesse momento, onde σ_c é a máxima tensão suportada pelo material, é chamada de resistência teórica de coesão.^{[16][17]}

Para o cálculo desta tensão a curva acima será aproximada por uma senóide:

$$\sigma = \sigma_c \cdot \text{sen} \frac{2\pi x}{\lambda} \quad (7)$$

Onde: λ é o período e σ a tensão aplicada.

Utilizando da lei de Hooke ($\sigma = E \cdot \varepsilon$) e sabendo que para x muito pequeno $\text{sen } 2\pi x/\lambda = 2\pi x/\lambda$ chega-se a expressão:

$$\sigma_c = \frac{E\lambda}{2\pi b} \quad (8)$$

É possível obter a tensão de coesão teórica em função do Módulo de Elasticidade e da tensão superficial. Para isso, deve-se calcular a área sob a curva e igualar a duas vezes a tensão superficial γ_s , pois o trabalho sob a curva é utilizado para a criação de duas novas superfícies, tem-se então:

$$\int_0^{\lambda/2} \sigma_c \text{sen } \frac{2\pi x}{\lambda} dx = 2\gamma_s \quad (9)$$

$$\lambda = \frac{2\pi\gamma_s}{\sigma_c} \quad (10)$$

Substituindo em $\sigma_c = \frac{E\lambda}{2\pi b}$ chega-se a expressão:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{E\gamma_s}{b}} \quad (11)$$

Os valores calculados com esta expressão são muito superiores aos apresentados pelos materiais. Isto se deve ao fato desta tensão considerar a ruptura de um sólido sem defeito, enquanto que na realidade os sólidos possuem trincas e outros defeitos.^[16]

Para o desenvolvimento de uma expressão que permitisse calcular esta tensão levando em consideração a influência dos defeitos foram criadas duas abordagens, uma baseada na análise de tensões e outra baseada no balanço energético.^{[16][17]}

1.3.2. ABORDAGEM POR ANÁLISE DE TENSÕES

Inglis^[18] em 1913 foi o precursor do estudo de Griffith^[19], que foi o pioneiro no desenvolvimento da Mecânica da Fratura.^[16]

Utilizando da resistência dos materiais, Inglis obteve uma expressão para o cálculo da concentração de tensão no exemplo abaixo:

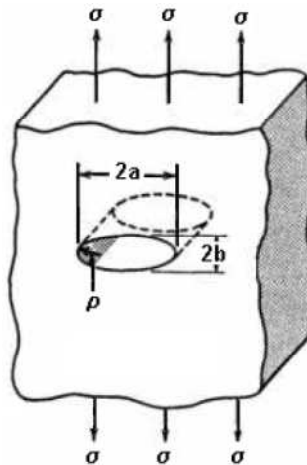


Figura 7 - Trinca Elíptica em uma chapa infinita. Fonte: CLEBER, p. 19.

Inglis mostrou que a σ_{max} que ocorre na ponta do defeito é igual a:

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + \frac{2a}{b'} \right) \quad (12)$$

Analisando-se a equação acima, tendo-se um furo circular na chapa onde $a = b$ o fator de concentração de tensões terá magnitude igual a 3. Por outro lado, quando tem-se uma elipse degenerada em uma trinca, isto é, $b = 0$, o fator de concentração de tensões tende para o infinito na ponta da trinca.^{[16][17]}

Como $\rho = \frac{b'^2}{a}$ é o raio de curvatura da elipse, tem-se:

$$\sigma_{max} = \sigma \left(1 + 2 \sqrt{\frac{a}{\rho}} \right) \quad (13)$$

A expressão acima mostra que o efeito de concentração de tensão é tanto maior quanto maior é o comprimento do defeito e menor é o raio de curvatura. [16][17]

Na maioria dos casos $a \gg \rho$, então pode-se aproximar a equação acima por:

$$\sigma_{max} = 2 \sigma \sqrt{\frac{a}{\rho}} \quad (14)$$

O termo $2 \sqrt{\frac{a}{\rho}}$ é chamado de fator de concentração de tensões, é representado por K_T que descreve o efeito da geometria da trinca no nível de tensões atuante na ponta da trinca. Percebe-se que para trincas presentes, devem ser mantidas com o menor tamanho possível e com maior raio de curvatura para amenizar a intensidade de tensões.

$$\sigma_{max} = K_T \sigma \quad (15)$$

Como o valor de K_T depende de fatores geométricos, existem tabelas de valores para algumas geometrias pré-definidas, conforme mostra as figuras (8) e (9):

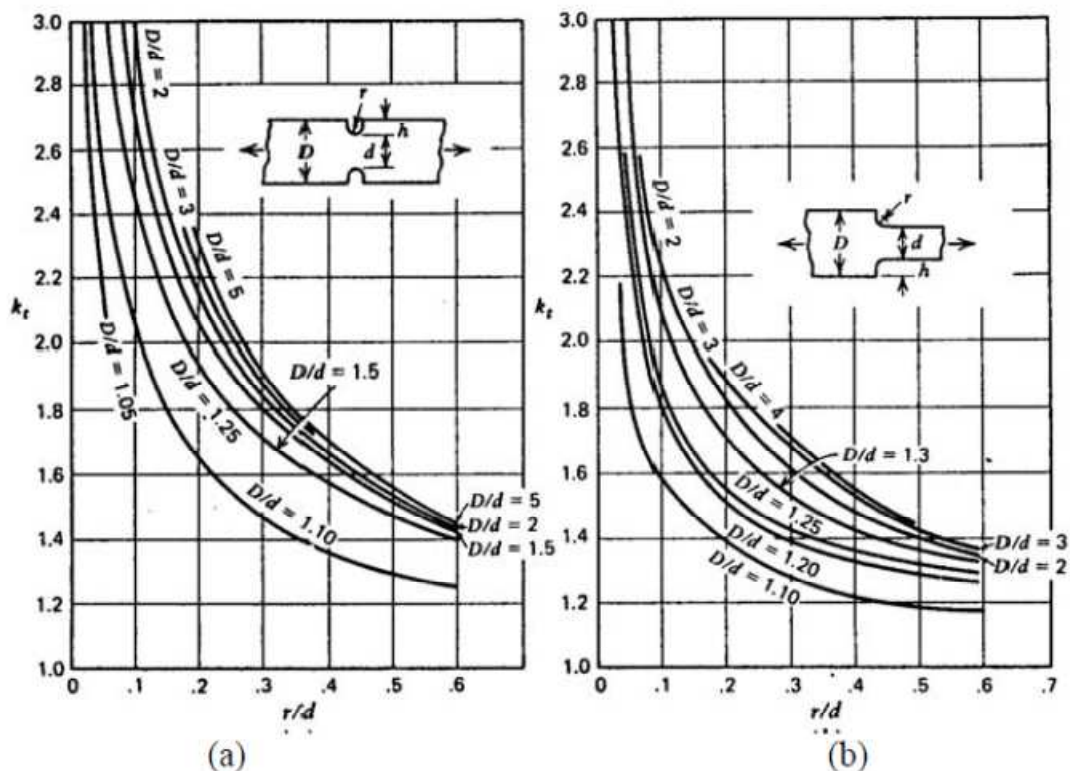


Figura 8: Valores de k_T para carregamento axial de uma barra. Fonte: STROHAECKER, p. 7.

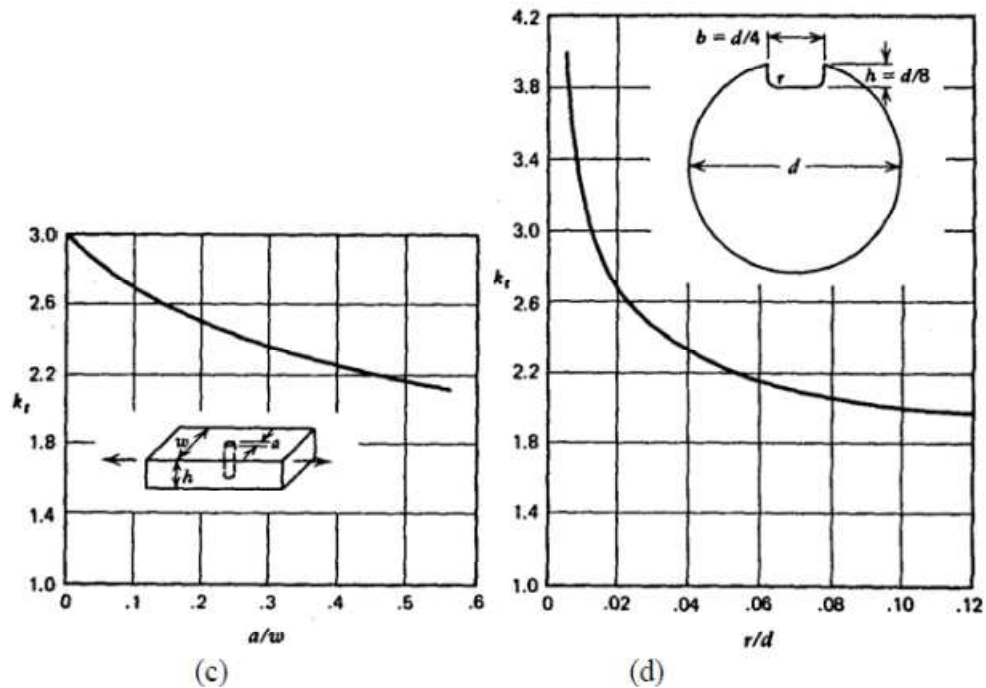


Figura 9: (c) Valores de k_T para placa com furo; (d) Valores de k_T para eixo com rasgo de chaveta em torção. Fonte: STROHAECKER, p. 7.

Este método considera todo material em regime elástico, o que provoca uma concentração de tensão elevada.^{[16][17][20]}

1.3.3. ABORDAGEM BASEADA NO BALANÇO ENERGÉTICO, MODELO DE GRIFFITH

Este método busca uma formulação para um sistema com trinca através de uma análise a partir de um balanço de energia.

Griffith^[19] enunciou que “uma trinca irá propagar-se, de modo instável, quando a taxa de liberação de energia elástica armazenada pelo carregamento do material for ao menos igual ao aumento de energia superficial resultante do crescimento da trinca”.^[16]

Para seu modelo, Griffith considerou uma chapa infinita em regime elástico e no estado plano de tensões (chapa fina). A trinca é pequena em relação as dimensões da chapa.

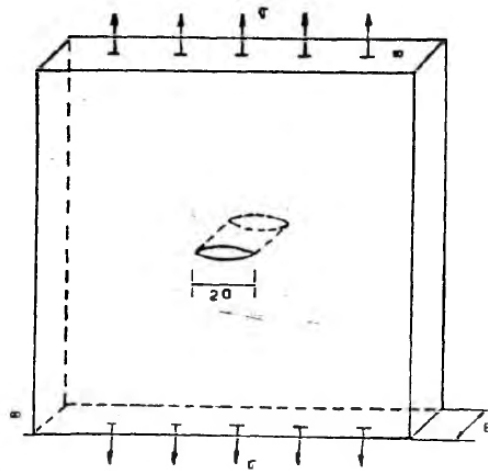


Figura 10: Trinca de Griffith. Fonte: BASTIAN, p. 3.9.

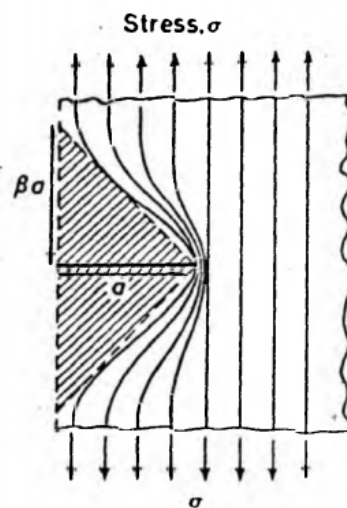


Figura 11: Modelo para o cálculo da taxa de liberação da energia elástica. Fonte: BASTIAN, p. 3.10.

Analisando-se apenas um lado da placa, tem-se que as regiões livres de tensões acima e abaixo da trinca são aproximadas a um triângulo de altura βa e comprimento de trinca a . Então para um comprimento de trinca, a energia de deformação elástica liberada, em tensão plana, é dada pela metade da tensão vezes a deformação vezes a área, isto é:

$$U_E = -\frac{1}{2} \sigma \frac{\sigma}{E} \beta a \quad (16)$$

Assim Griffith deduziu:

$$U_E = -\frac{1}{2} \frac{\sigma^2 \pi a^2}{E} \quad (17)$$

Griffith deduziu a energia para a criação da superfície de fratura, U_s , que é dada por:

$$U_s = 2 \cdot \gamma_s \cdot a \quad (18)$$

Sendo assim, a variação total de energia equivale a soma destas duas energias:

$$U = U_E + U_s \quad (19)$$

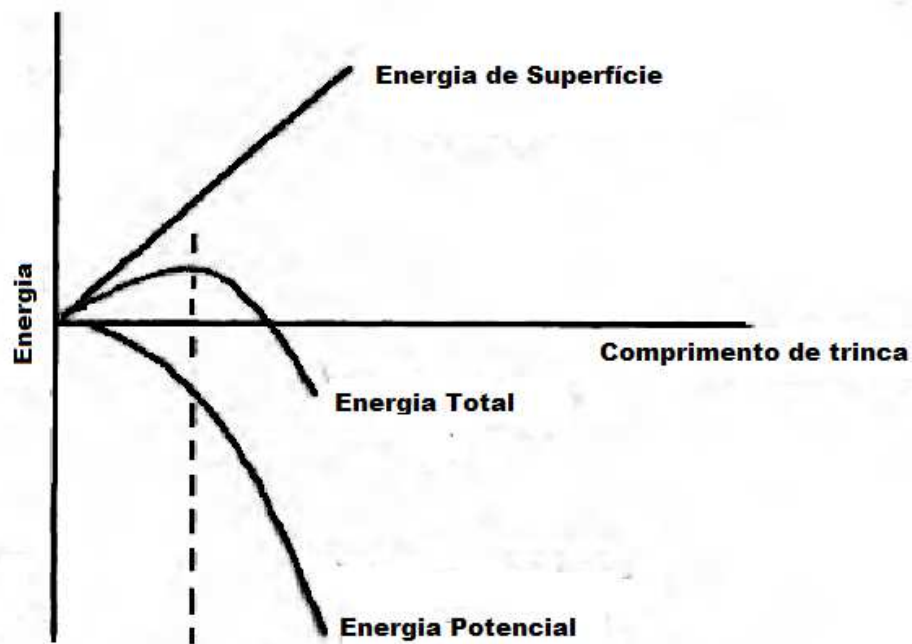


Figura 12: Variação de energia com o comprimento da trinca. Fonte: BASTIAN, p. 3.11.

Observando a figura 12 acima, percebe-se que a energia total possui um valor máximo, ou seja, um $a_{crítico}$. Pode-se então derivar a curva de energia total para encontrar este máximo. ^{[16][17]}

$$\frac{\partial U_E}{\partial a} + \frac{\partial U_s}{\partial a} = 0 \quad (20)$$

O termo $\frac{\partial U_E}{\partial a}$ recebeu o nome de taxa de liberação de energia elástica G .

Para $G < \frac{\partial U_s}{\partial a} \rightarrow$ não há propagação instável de trinca.

Para $G > \frac{\partial U_s}{\partial a} \rightarrow$ há propagação instável de trinca.

Com a equação 11 é possível calcular a tensão de fratura da chapa:

$$\sigma_{cr} = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi a}} \quad (\text{estado plano de tensão}) \quad (21)$$

$$\sigma_{cr} = \sqrt{\frac{2E\gamma_s}{\pi(1-\nu^2)a}} \quad (\text{estado plano de deformação}) \quad (22)$$

A abordagem de Griffith preocupa-se com as variações de energia associadas à propagação da trinca, podendo ignorar os detalhes do processo de fratura na ponta da trinca. Outro fato importante é que este modelo não envolve o raio de curvatura na ponta da trinca, ou seja, ele considera defeitos com pontas muito aguçadas.^[16]

Esta teoria aplica-se satisfatoriamente a materiais completamente frágeis, porém, para materiais com deformação plástica significativa, a energia de fratura é muito maior que a necessária para a criação das superfícies.^[16]

1.3.4. FATOR DE INTENSIDADE DE TENSÃO

A trinca pode se propagar de três modos diferentes:^{[16][17]}

- Modo I: carregamento em tração, deslocamento das superfícies da trinca perpendicularmente a si mesmas.
- Modo II: cisalhamento puro, deslocamento das superfícies da trinca paralelamente a si mesmas e perpendicularmente a frente de propagação.
- Modo III: cisalhamento fora do plano, deslocamento das superfícies da trinca paralelamente a si mesmas.

A figura 13 mostra os três modos de carregamento no qual as trincas podem se propagar.

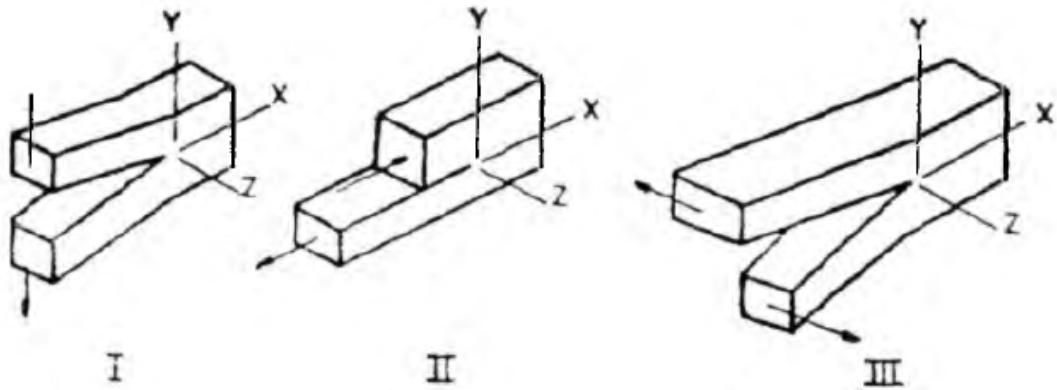


Figura 13: Modos básicos de carregamento de trincas. Fonte: CLEBER, p. 23.

Westergaard estudou a distribuição de tensões nas vizinhanças de uma trinca afiada, vazante, de comprimento $2a$, em uma chapa infinita de material elástico linear, submetida a tração e obteve expressões para as tensões. Essas expressões podem ser escritas na forma generalizada:^[16]

$$\sigma_{ij} = \sigma \sqrt{\frac{a}{2r}} f_{ij}(\theta) \quad (23)$$

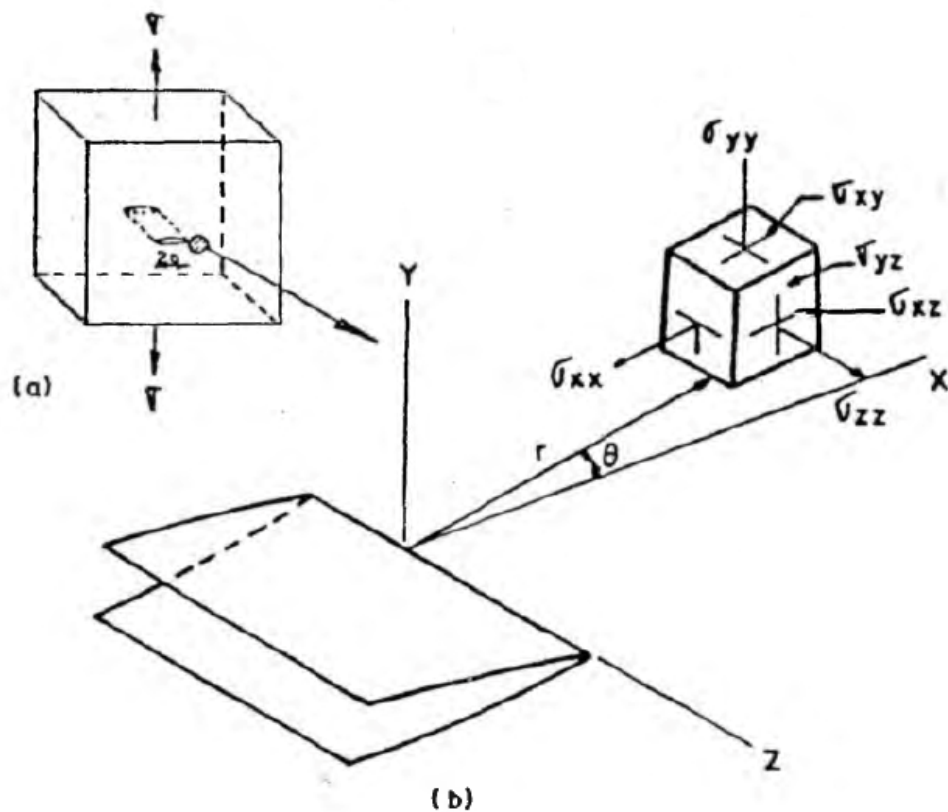


Figura 14: (a) Sólido infinito com trinca vazante submetido à tensão σ (b) Coordenadas polares e tensões em um ponto nas vizinhanças da trinca. Fonte: BASTIAN, p. 3.24.

Irwin, observando estas equações, verificou que o termo $\sigma\sqrt{a}$ estava presente em todas elas e que quando este era conhecido, a tensão também era, pois, os outros termos eram funções apenas da posição do ponto calculado. Então, Irwin definiu o fator de intensidade de tensão:^{[16][17]}

$$k_I = \sigma\sqrt{\pi a} \quad (24)$$

Assim a expressão para a tensão fica da seguinte forma:

$$\sigma_{ij} = \frac{k_I}{\sqrt{2\pi r}} f_{ij}(\theta) \quad (25)$$

O fator de intensidade de tensão envolve um termo correspondente a tensão aplicada externamente e outro à dimensão da trinca. Para trincas de diferentes formas, orientações e posições ele pode ser expresso na forma geral, onde Y é chamado de fator geométrico:

$$k_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (26)$$

A figura 15 mostra algumas curvas para determinação do valor de Y em três modelos de geometrias:

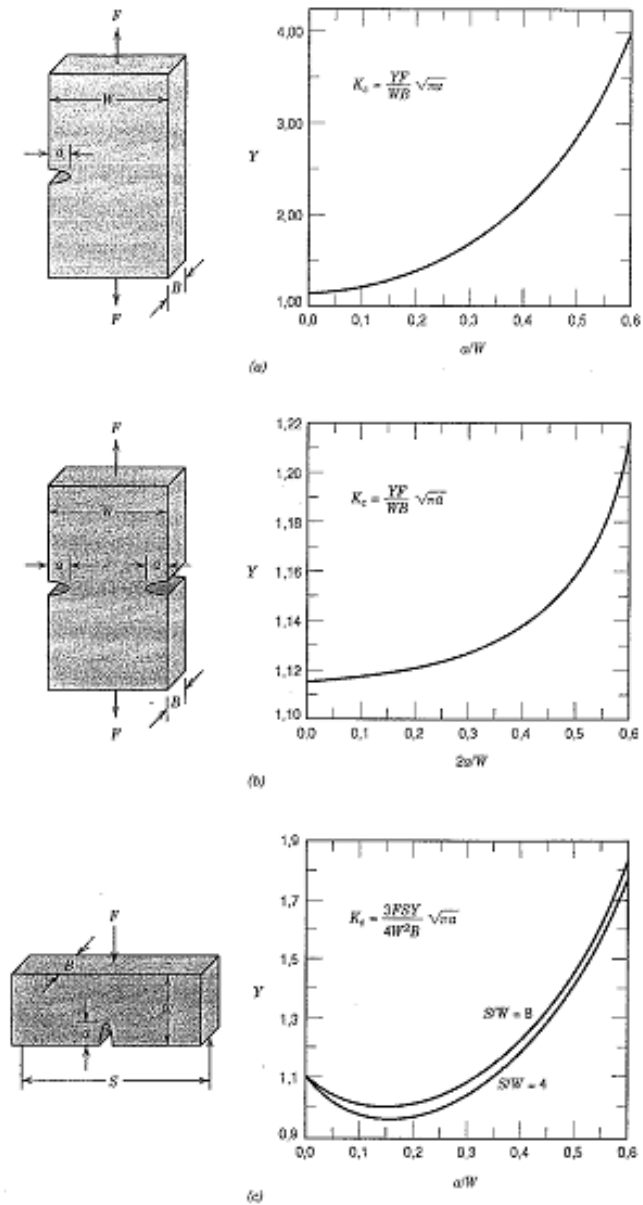


Figura 15: Curvas de calibração para Y para três geometrias trinca-placa simples. Fonte: BASTIAN, p. 3.27.

Assim como, há fatores de intensidade de tensão para o modo I de carregamento, há também k_{II} e k_{III} . Pode-se escrever de forma generalizada:

$$K_I = Y_1 \sigma \sqrt{\pi a} \quad (27)$$

$$K_{II} = Y_2 \tau \sqrt{\pi a} \quad (28)$$

$$K_{III} = Y_3 \tau \sqrt{\pi a} \quad (29)$$

Onde σ representa a tensão normal e τ representa a tensão cisalhante.

Ao elevar a tensão torna-se evidente que em algum valor desta tensão este assumirá um valor crítico de k_I onde ocorre a fratura do material, sendo uma propriedade intrínseca do material. A este valor crítico k_{Ic} chama-se de tenacidade à fratura do material. Esta é determinada por ensaios padronizados em condições específicas de temperatura e para cada tipo de material. ^{[16][20]}

O k_{Ic} é determinado em corpos de prova necessariamente no estado plano de deformação, ou seja, para espessuras mínimas B_0 existem valores mínimos de k_{Ic} onde ele permanece constante. A figura 16 mostra o comportamento da tenacidade à fratura em função da espessura da amostra. ^{[16][20]}

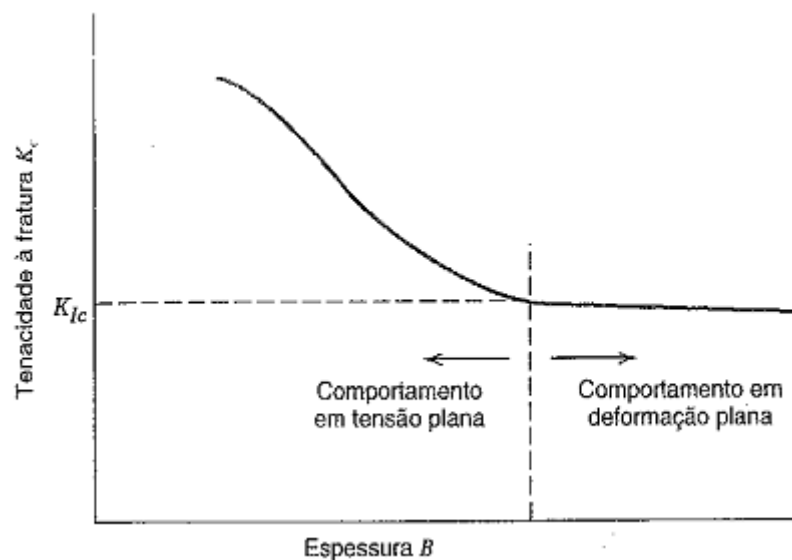


Figura 16: Valores críticos de k_I em função da espessura do corpo de prova. Fonte: BASTIAN, p. 3.41.

A espessura “B” pode ser calculada por:

$$B \geq 2,5 \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_e} \right) \quad (30)$$

Onde “ σ_e ” é o limite de escoamento do material.

K_{IC} assume valor constante sendo uma propriedade do material quando a espessura da estrutura é superior ou igual ao valor de B . Esta é um exigência para o uso da mecânica da fratura linear elástica. Valores de tenacidade à fratura e espessura mínima de alguns materiais podem ser apreciados na tabela 2.^[20]

Tabela 2: Limite de escoamento, tenacidade à fratura e espessura mínima para alguns materiais. Fonte: STROHAECKER, p. 21.

Material	σ_e (MPa)	K_{IC} (MPa.m ^{0,5})	Espessura Aproximada (mm)
4340 revenido a 200 °C	1700	60	3
Aço Maraging	1450	110	14
A 533 B	500	245	600
7075-T651	515	28	7
2024-T351	370	35	22
Ti-6Al-4V	850	120	50
Carbeto de Tungstênio	900	10	0,3

1.4. TIPOS DE TRINCAS

Tipos de trincas distintos podem ser formados devido ao campo de tensões gerado pela penetração do indentedor durante o ensaio de dureza no material em uso, tanto na fase de carregamento como na fase de descarregamento ou quando a carga atingir um valor crítico, as seguintes terminologias podem ser encontradas na literatura.^[5]

- Trinca Mediana;
- Trinca Lateral;
- Trinca Radial; e
- Trinca Palmqvist.

A figura 17 mostra os tipos de trincas mencionados:

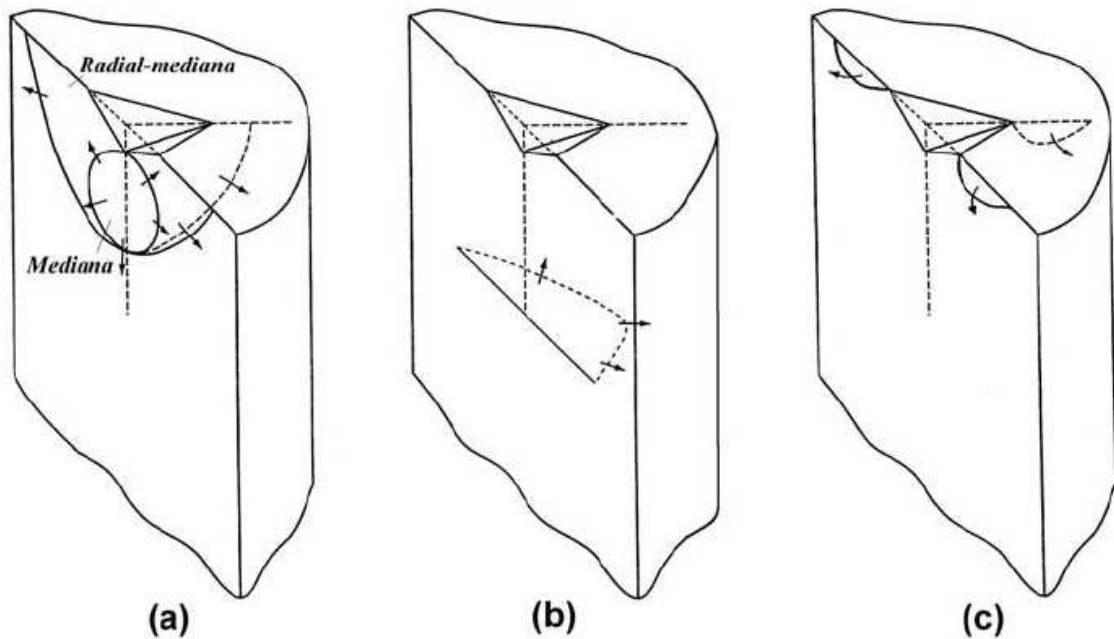


Figura 17: Ilustração esquemática dos tipos de trincas: (a) Mediana e Radial-mediana, (b) Lateral e (c) Palmqvist. Fonte: DIAS, 2004, p. 28.

1.4.1. TRINCA MEDIANA

Acredita-se que esse tipo de trinca seja nucleada na interface entre a região deformada plasticamente e a região deformada elasticamente. Durante o ensaio de dureza, na região de contato abaixo do indentador forma-se um estado de tensões tridimensional, como mostra a figura 18. Devido ao ângulo agudo da ponta do indentador a intensidade de tensão localizada abaixo dela (σ_3), que inicialmente é de compressão, a partir da interface entre as regiões deformadas plástica e elasticamente, tende a diminuir e pode até se tornar uma componente de tração durante a ação do indentador, e assim agindo em conjunto das tensões de tração (σ_1 e σ_2) cria a possibilidade de nucleação da trinca.^[5]

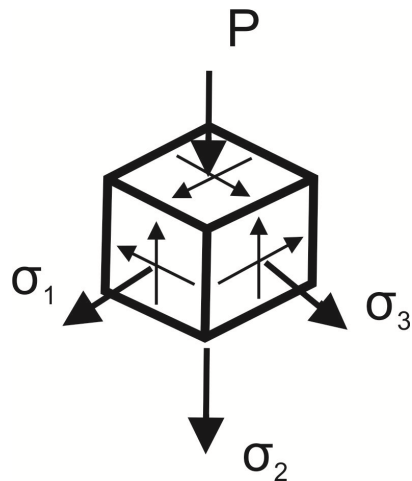


Figura 18: Estado tridimensional de tensões

As trincas medianas são trincas que surgem a partir dos cantos do indentador em direção ao interior da amostra com uma direção paralela a aplicação de carga, a figura 17-a e a figura 19 ilustram esse tipo de trinca.^{[5][6]}

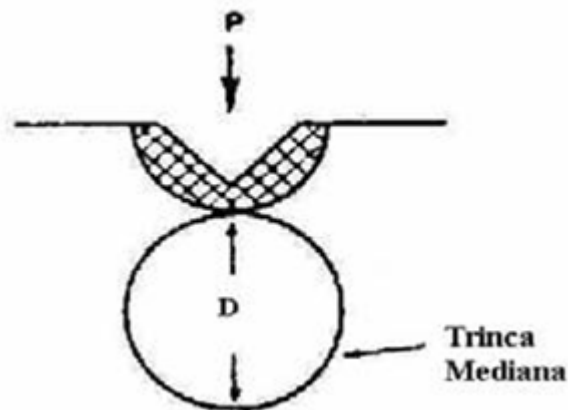


Figura 19: Trinca mediana

1.4.2. TRINCA LATERAL

A trinca lateral é uma trinca que se propaga paralelamente a superfície da amostra ensaiado através do contorno da região de deformação plástica, normalmente ocorre durante a fase do descarregamento.

Esta trinca se nucleia a partir de uma trinca mediana, contudo, paralelamente a superfície e não perpendicular e caso não ocorra anteriormente uma trinca mediana, provavelmente não ocorrerá uma trinca lateral.

Este é um tipo de trinca que raramente é utilizada em expressões que avaliam a tenacidade dos metais duros e de cerâmicos. A figura 17-b ilustra a trinca lateral.^[5]

1.4.3. TRINCA PALMQVIST

A trinca palmqvist, que se denomina desta forma devido ao estudo de S. Palmqvist. Ela se nucleia de forma parecida com a trinca mediana, mas contudo seu ponto de nucleação ocorre na superfície do material e falhas superficiais preexistentes podem ser responsáveis por pontos de concentração de tensões que potencializam a nucleação deste sistema de trincas. A figura 17-c ilustra a trinca palmqvist.^[5]

1.4.4. TRINCA RADIAL

Trincas radiais são trincas que se propagam a partir dos cantos da impressão perpendicular à aplicação da carga, são nucleadas a partir do sistema de trincas medianas, palmqvist ou uma combinação de ambas, surgem no momento em que ocorre a propagação instável a partir de um desses dois meios de nucleação. Trincas radiais formam na superfície do material um traço visível e mensurável, o qual será utilizado no decorrer desta dissertação para o cálculo da tenacidade a fratura.^{[5][6]}

As trincas radiais podem ser classificadas em trincas radiais primárias ou trincas radiais secundárias no que diz respeito a sua direção de propagação: caso se propague na mesma direção da diagonal da impressão irá denominar-se primária e caso não seja a mesma direção irá denominar-se secundária.^[6]

Ainda existem a trinca semicircular ou radial-mediana que são trincas que possuem a combinação das trincas radiais com a mediana. A Figura 17-a ilustram esses tipos de trincas.^{[5][20]}

2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

A metodologia do estudo de trincas nucleadas pela tensão resultante dos ensaios de indentação foi originalmente proposta por Palmqvist na década de 1950, mas somente na década de 1970 foi defendida pela primeira vez como um teste de tenacidade a fratura por Evans e Charles.^[21] Eles aplicaram o ensaio de dureza para a determinação da tenacidade à fratura de um simples cristal de óxido a carbeto cimentados. A técnica rapidamente tomou maior importância devido a sua conveniência, sendo aparentemente uma maneira prática para determinação o K_{Ic} .^[22]

Evans e Charles introduziram à comunidade cerâmica uma nota não muito extensa, mas, inegavelmente, sugeriram que se poderia utilizar as trincas existentes nos cantos das impressões produzidas no teste de microdureza Vickers para determinar a resistência à fratura de materiais frágeis. Eles apresentaram uma equação generalizada, que apareceu ser aplicável a muitos materiais diferentes, tanto para trincas Palmqvist tanto para trincas radiais.^[22]

Ainda durante as décadas de setenta e setenta, Lawn^{[23][24][25]}, Fuller^[24], Evans^[25], Charles^[21], entre outros, publicaram as primeiras expressões para avaliar a tenacidade à fratura de materiais cerâmicos a partir de ensaios de indentação. Nas décadas seguintes, outros trabalhos apresentaram novas expressões ou aperfeiçoaram as existentes em uma tentativa de avaliar o parâmetro em questão. Mais de 30 equações foram apresentadas na literatura para o ensaio Vickers e raramente dois deles produzem o mesmo resultado para a tenacidade à fratura para as mesmas condições de teste.^{[5][26]}

Em 2002 Hyukjae Lee e Robert F. Speyer publicaram os primeiros resultados de um ensaio de indentação sendo utilizado para obter valores de tenacidade à fratura no carbetto de boro. Oberam tais resultados comparando variações de tamanho de grão e de tratamentos térmicos do carbetto de boro com valores de tenacidade à fratura obtidos a partir do ensaio de dureza Vickers, chegando a seguinte conclusão: quando a dureza dos compactos B_4C aumentou e a tenacidade à fratura de indentação diminuiu à medida que o tamanho do grão diminuiu.^[26]

Na década de 1990 Gong e Guan^[9] e Kinoshita^[7] e em seguida Lube e Fett^[8] publicaram alguns estudos analisando o envolvimento da tenacidade à fratura com o ensaio de dureza Knoop.

Neste Capítulo serão apresentados os modelos matemáticos utilizados para determinar a tenacidade à fratura no carbetto de boro para os ensaios Vickers e Knoop e uma visão geral sobre o estado da arte para cálculo de tenacidade à fratura no carbetto de boro.

2.1. MODELO MATEMÁTICO PARA O ENSAIO VICKERS PELO MÉTODO DE TRINCAS RADIAIS

Anstis^[27] e posteriormente Braun^[6] estudaram a tenacidade à fratura para o ensaio Vickers e algumas de suas afirmações foram utilizadas neste trabalho. Uma das técnicas que pode ser utilizada para determinar a tenacidade à fratura é uso da medida do comprimento das trincas radiais produzidas pela penetração do indentador na amostra, onde o comprimento de trinca c pode ser relacionado com a carga de penetração P . O fator de intensidade de tensão K_I caracteriza a quantidade de tensão próxima na ponta da trinca, que é a mesma para todos os comprimentos de trincas e é dado pela expressão:

$$K_I = k \frac{P}{c^{3/2}} \quad (31)$$

Onde k está relacionado com a geometria do indentador e também pelo fator $\left(\frac{E}{H}\right)^{1/2}$, dado por:

$$k = \xi_0 \cdot \cotg(\phi) \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \quad (32)$$

Onde E é o modulo de elasticidade do material, H é a medida de dureza, ϕ é a metade do ângulo entre as faces do indentador e ξ_0 é uma constante adimensional. Considerando um comprimento de trinca crítico, pode-se igualar o fator de intensidade de tensão a tenacidade à fratura, então substituindo (32) em (31) temos:

$$K_I = K_{Ic} = \xi_0 \cdot \cotg(\phi) \cdot \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (33)$$

ou:

$$K_I = K_{Ic} = \xi \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (34)$$

Onde $\xi = \xi_0 \cdot \cotg(\phi)$ e é uma constante que depende da geometria do penetrador e vale $0,016 \pm 0,004$ para a ponta Vickers.

2.2. MODELO MATEMÁTICO PARA O ENSAIO KNOOP PELO MÉTODO DE TRINCAS RADIAIS

Para o ensaio Knoop, Kinoshita^[7] apresentou os primeiros passos em direção ao desenvolvimento de um modelo para o cálculo da tenacidade à fratura. Em seu artigo, onde é apresentado o cálculo da tensão proveniente do ensaio de microdureza Knoop, Kinoshita propõe um modelo, em que, durante a aplicação de carga por uma indentação na amostra, é gerada uma tensão residual nas bordas da marca da indentação. Os fatores de intensidade de tensão residual, K_r , e o de tensão aplicada, K_a , podem ser somados obtendo-se o valor da intensidade de tensão total K_I . A determinação da intensidade de tensão devido a tensão residual, pode ser avaliada por trincas radiais causadas pela indentação, utilizando a expressão:^[7]

$$K_r = \chi \frac{P}{c^{3/2}} \quad (35)$$

Onde χ é o fator de tensão residual, P é a carga de indentação e c é a metade do comprimento total da trinca. A expressão utilizada por Kinoshita para o cálculo do fator de intensidade de tensão vem da mecânica da fratura e é dada por:^[7]

$$K_a = \Psi \sigma_a c^{1/2} \quad (36)$$

Onde Ψ é o fator geométrico, σ_a é a tensão aplicada e c é a metade do comprimento total da trinca. Combinando as duas equações, temos:^[7]

$$K = K_r + K_a = \chi \frac{P}{c^{3/2}} + \Psi \sigma_a c^{1/2} \quad (37)$$

A combinação entre a tensão residual e a tensão aplicada pode produzir um crescimento de trinca significativo e, portanto, a tensão residual introduzida pela indentação Knoop deve ser reduzida.^[7]

Lube e Fett^[8] modelaram a morfologia das trincas resultantes do ensaio Knoop como trincas com geometria radial. O fator de intensidade de tensão pode ser aproximado, quando a carga de indentação é aplicada, por:

$$K_I = k \frac{P}{c^{3/2}} \quad (38)$$

Onde k é um coeficiente que depende do formato da indentação aplicada e do comportamento mecânico do material indentado, esta equação é semelhante a equação (31), mas com outro ponto de vista.^[8]

Durante o teste de indentação a carga chega a um valor que começa a existir um crescimento de trinca, neste momento o fator de intensidade de tensão é igual a tenacidade à fratura, então neste caso:^[8]

$$K_I = K_{Ic} = k \frac{P}{c^{3/2}} \quad (39)$$

Após a remoção da força de indentação o fator de intensidade de tensão é parcialmente reduzido, resultando em dois fatores: o fator de intensidade de tensão relacionado a carga aplicada e o fator de intensidade de tensão relacionado a tensão residual devido ao ensaio realizado. Estes fatores possuem expressões semelhantes as de Kinoshita e estão descritos nas equações (35) e (36), onde, em analogia ao coeficiente k , o fator χ depende do formato de indentação aplicada e do comportamento elastoplástico do material indentado. A tenacidade à fratura e o fator de intensidade de tensão relacionado com a tensão residual e podem ser relacionados da seguinte forma:^[8]

$$K_r = \alpha K_{Ic} \quad , \text{ onde } \alpha = \frac{\chi}{k} < 1 \quad (40)$$

Gong e Guan,^[9] observaram que para trincas induzidas pela indentação Vickers, em uma ampla variedade de materiais, é observado um valor constante para $P/c^{3/2}$ e a equação (39) é comumente utilizada como uma equação básica para avaliação da tenacidade à fratura

do material em ambientes inertes igualando K a K_{Ic} . No entanto, para configuração Knoop, K aumenta com o aumento da carga de indentação. A diferença entre a carga de indentação por comprimento de trinca para indentações Vickers e Knoop pode ser um resultado da diferença dos perfis da trinca entre as duas configurações.^[9]

Em geral, para materiais frágeis, a indentação Vickers sempre produz trincas a partir de todos os quatro vértices, inclusive para baixas cargas de indentação. Por outro lado na indentação Knoop, as microtrincas são dificilmente observadas na superfície, quando baixas cargas são aplicadas, a menos que se realize um polimento de superfície adicional depois da indentação. Foi observado na superfície de fratura induzida pela indentação Knoop a trinca pode ser comparada a uma semi-elipse; enquanto que as trincas provocadas pela indentação Vickers são provavelmente trincas radiais. Estas observações sugerem que os comportamentos de propagação trincas são bastante diferentes para endentações Knoop e Vickers. Como resultado, um valor constante de $P/c^{3/2}$ não pode ser esperado para configuração Knoop.^[9]

Sendo assim ao invés de se aproximar a trinca de um indentador Knoop para uma trinca radial pode-se fazer uma aproximação para uma trinca elíptica (figura 20), onde Bastian, em sua apostila de mecânica da fratura desenvolve um modelo para trincas elípticas superficiais.

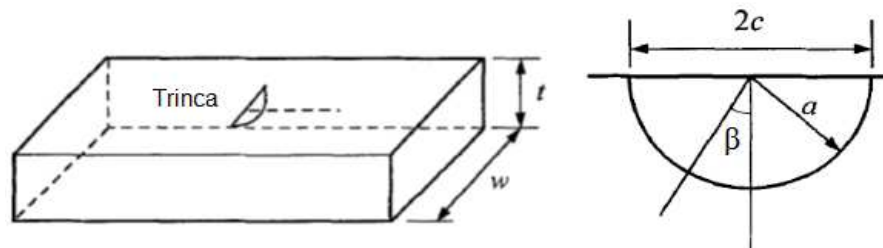


Figura 20: Representação de uma trinca elíptica.

De acordo como o modelo, tem-se:^[16]

$$K_I = 1,12M_K\sigma \sqrt{\pi \frac{a}{Q} \left(\text{sen}^2\beta + \frac{a^2}{c^2} \text{cos}^2\beta \right)^{1/4}} \quad (41)$$

Onde a é a profundidade de trinca, β é o ângulo que define o ponto no perímetro da elipse cujo fator de intensidade é K_I , M_K é um fator de correção e pode ser calculado pela figura 21 e Q é o parâmetro de forma de trinca e pode ser calculado pela expressão abaixo:^[16]

$$Q = \phi^2 - 0,212 \left(\frac{\sigma}{\sigma_{LE}} \right)^2 \quad (42)$$

Onde ϕ é a integral elíptica, que pode ser aproximada por:^[16]

$$\phi^2 \cong \frac{3\pi}{8} + \frac{\pi}{8} \frac{a^2}{c^2} \quad (43)$$

A figura 21 mostra o gráfico para cálculo de M_K .

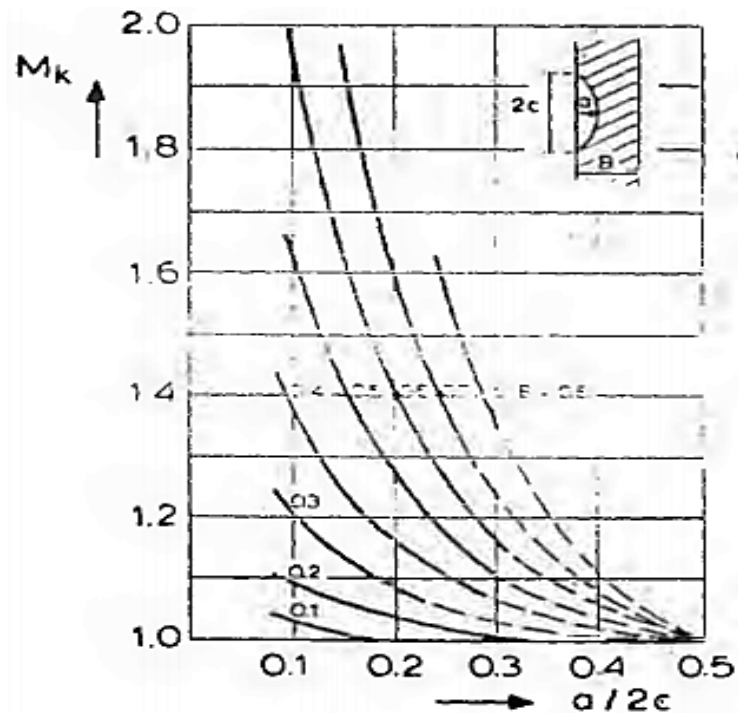


Figura 21: Gráfico para cálculo de M_K

2.3. ESTADO DA ARTE DO CÁLCULO DE TENACIDADE À FRATURA NO CARBETO DE BORO

Hyukjae Lee e Robert F. Speyer^[26] realizaram em seu artigo “*Hardness and Fracture Toughness of Pressureless-Sintered Boron Carbide (B_4C)*” um estudo sobre a dureza e a tenacidade à fratura no carbeto de boro utilizando-se do ensaio de microdureza Vickers. Este trabalho é uma continuação de um estudo anterior sobre a sinterização sem pressão de carboneto de boro, onde a dureza Vickers e a tenacidade à fratura do carbeto de boro foram medidas após vários tratamentos térmicos de sinterização.^[13]

O modelo matemático de K_{Ic} utilizado por Lee e Speyer^[26] foi o exposto por George D. Quinn^[28] et al em seu artigo “*Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature*”, está descrito abaixo:^{[13][26][28][29]}

$$K_{Ic} = 0,0018P \left(\frac{E}{c^3 H_v} \right)^{1/2} = 0,0264a \left(\frac{EP}{c^3} \right)^{1/2} \quad (44)$$

Utilizando-se da equação apresentada acima, eles obtiveram como resultados dois gráficos de tenacidade à fratura: o primeiro mostra a tenacidade à fratura das amostras, medido utilizando o método fratura por indentação Vickers com uma carga de 2,94 N, em função do tamanho de grão, ilustrado pela figura 22 e o segundo mostra a tenacidade à fratura das amostras em função da densidade terminal, ilustrado pela figura 23.^[26]

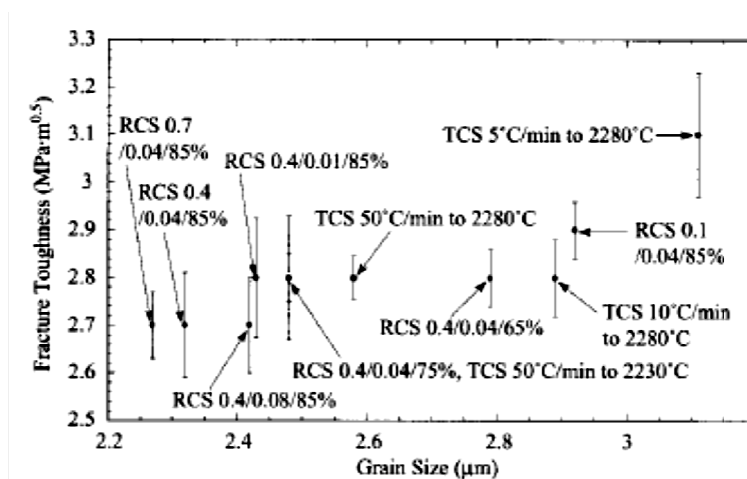


Figura 22: Tenacidade à fratura em função do tamanho de grão. Fonte: LEE E SPEYER, 2002, p. 1292.

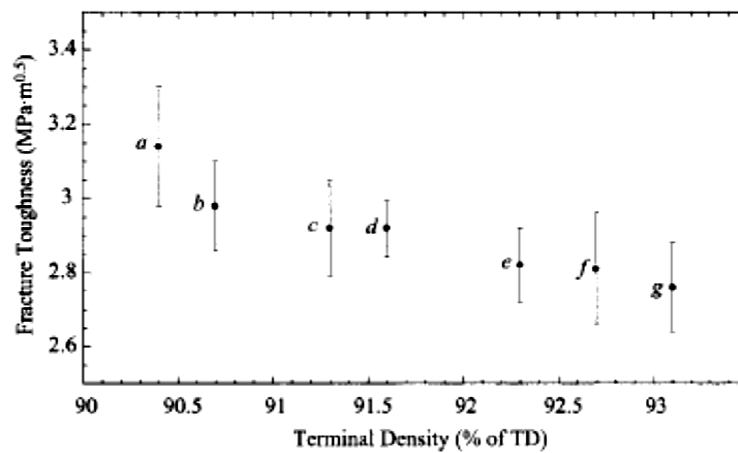


Figura 23: Tenacidade à fratura em função da densidade terminal. Fonte: LEE E SPEYER, 2002, p. 1292.

Concluíram afirmando que para amostras de B_4C a dureza é aumentada e a resistência à fratura é reduzida quando tamanho de grão diminuiu e o deslocamento são mais freqüentes em contornos de grão causados pelo encruamento, que, por sua vez, promoveu a formação de trincas sob cargas mais baixas.^[26]

Dias em sua tese “*Análise Numérica do Processo de Fratura no Ensaio de Indentação Vickers em uma Liga de Carboneto de Tungstênio com Cobalto*” e em seu artigo “*Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro*”, de 2004 e 2009 respectivamente, avaliou a tenacidade a fratura em pastilhas de metal duro a partir do ensaio Vickers utilizando uma equação semi-empírica, descrita abaixo.^{[5][7]}

$$K_{Ic} = 0,019(H_v a) \left(\frac{E}{H_v} \right)^{2/5} l^{-1/2} \quad (45)$$

Dias concluiu seu trabalho afirmando que os valores da dureza superficial e da tenacidade à fratura encontraram-se dentro da faixa de valores obtidos na literatura.^[26]

Recentemente, em 2014, Hyun utilizou em seu artigo “*Characteristics of indentation cracking using cohesive zone finite element techniques for pyramidal indenters*” da mesma equação descrita no presente trabalho para o cálculo da tenacidade à fratura a partir do ensaio Vickers.^[30]

Também em 2014 Latifi em seu artigo “*Fracture toughness determination and microstructure investigation of a B_4C -NanoTiB₂ composite with various volume percent of Fe and Ni additives*” estudou o carбето de boro dopado com o nano diboreto de titânio e

apresentou uma extensa variação de equações para o cálculo de K_{Ic} apresentada na tabela abaixo:^[31]

Tabela 3: Equações usadas por Latifi para o cálculo de K_{Ic} . Fonte: LATIFI, 2014, p. 394.

No.	Equation
(1)	$K_{Ic} = 0.018Hv.a^{1/2} \left(\frac{E}{Hv}\right)^{0.4} \left(\frac{C}{a-1}\right)^{-0.5}$
(2)	$K_{Ic} = 0.0515 \left(\frac{P}{C^{3/2}}\right)$
(3)	$K_{Ic} = 0.079 \left(\frac{P}{a^{3/2}}\right) \text{Log} \left(4.5 \frac{a}{l}\right)$
(4)	$K_{Ic} = 0.015 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{2/3} \left(\frac{P}{C^{3/2}}\right) \left(\frac{1}{a}\right)^{-0.5}$
(5)	$K_{Ic} = 0.016 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{1/2} \frac{P}{C^{3/2}}$
(6)	$K_{Ic} = 0.067Hv.a^{1/2} \left(\frac{E}{Hv}\right)^{2/5} \left(\frac{C}{a}\right)^{-3/2}$
(7)	$K_{Ic} = 0.0752 \frac{P}{C^{3/2}}$
(8)	$K_{Ic} = 0.0726 \frac{P}{C^{3/2}}$
(9)	$K_{Ic} = 0.014 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{1/2} \frac{P}{C^{3/2}}$
(10)	$K_{Ic} = 0.16Hv.a^{1/2} \left(\frac{C}{a}\right)^{-3/2}$
(11)	$K_{Ic} = 0.0089 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{2/5} \left(\frac{P}{a.C^{3/2}}\right)$
(12)	$K_{Ic} = 0.0889 \left(\frac{Hv.P}{\sum_{i=1}^4 C_i}\right)^{1/2}$
(13)	$K_{Ic} = 0.4636 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{2/5} \frac{P}{a^{3/2}} 10^F$
(14)	$K_{Ic} = 0.018 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{1/2} \frac{P}{C^{3/2}}$
(15)	$K_{Ic} = (Hv.a^{1/2}) \left(\frac{E}{Hv}\right)^{2/5} 10^y$
(16)	$K_{Ic} = 0.00366 \left(\frac{E}{Hv}\right)^{1/2} t_{Ave}^{3/2} \frac{P}{A^{1/2}}$

Após comparar as equações mostradas na tabela 3 Latifi utilizou-se da equação 5 para a determinação de K_{Ic} e tal equação é idêntica a utilizada por Braun (equação 35). Ele concluiu seu trabalho afirmando que o valor de tenacidade a fratura aumentou para amostra sem ferro e obteve valores ainda maiores para as outras amostras.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

Este tópico apresenta o delineamento do estudo, a amostra, os procedimentos para preparação da amostra, para a coleta de dados e para o ensaio de microdureza, bem como, o plano para a análise de dados.

3.1. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA

A amostra de carbeto de boro utilizada no presente trabalho foi produzida no Laboratório de Cerâmicas PEMM COPPE/ UFRJ através do processo de sinterização a baixa pressão (22Kpsi) e apresenta uma porosidade de 10%. Esta amostra foi embutida em baquelite, lixada e polida, com intuito de tornar a sua superfície lisa e perpendicular ao penetrador. A figura 23 mostra essa amostra.



Figura 24: Amostra de carbeto de boro embutida em baquelite

Para o lixamento da amostra foi utilizada uma sequência de 3 lixas d'água com as granulometrias 200, 400 e 600 mesh, nesta ordem. Após o lixamento foi iniciado o processo de polimento: a amostra foi embutida em resina para evitando assim que as arestas da borda das amostras danificassem o pano de polimento e foram polidas durante 3 horas em pano de polimento metalográfico. O processo de polimento foi realizado em uma politriz automática e como abrasivo, foi utilizada pasta de diamante de 1 micron, obtendo assim um acabamento polido e isento de marcas.^[13]



Figura 25: Politriz automática

3.2. ENSAIO DE MICRODUREZA

Para a realização do ensaio de dureza foi utilizado o microdurômetro da marca Panambra, Modelo HXD-1000TM equipada com um penetrador Vickers ou com um penetrador Knoop e com câmera digital com resolução de 1.6 Mpixels para captura de imagens e um computador conectado a câmera. A imagem 25 mostra o microdurômetro.



Figura 26: Microdurômetro Panambra HXD-1000TM

O microdurômetro foi calibrado para que o penetrador aplique uma força na amostra de 0,5, 0,3 e 0,2 Kgf (4,90, 2,94 e 1,96 N respectivamente) durante um tempo de 30 segundos.

Para obtenções dos resultados na amostra foi utilizada no microdurômetro uma régua com precisão de $5\mu\text{m}$. Essa régua foi fotografada com a mesma escala de aproximação que as imagens fotografadas após o teste com indentação e sendo assim esta imagem foi uma ferramenta de comparação entre as outras, tornando possível qualquer tipo de medição superficial na amostra. A imagem abaixo mostra uma fotografia da régua, produzida pela câmera acoplada no microdurômetro com um aumento de 40X.

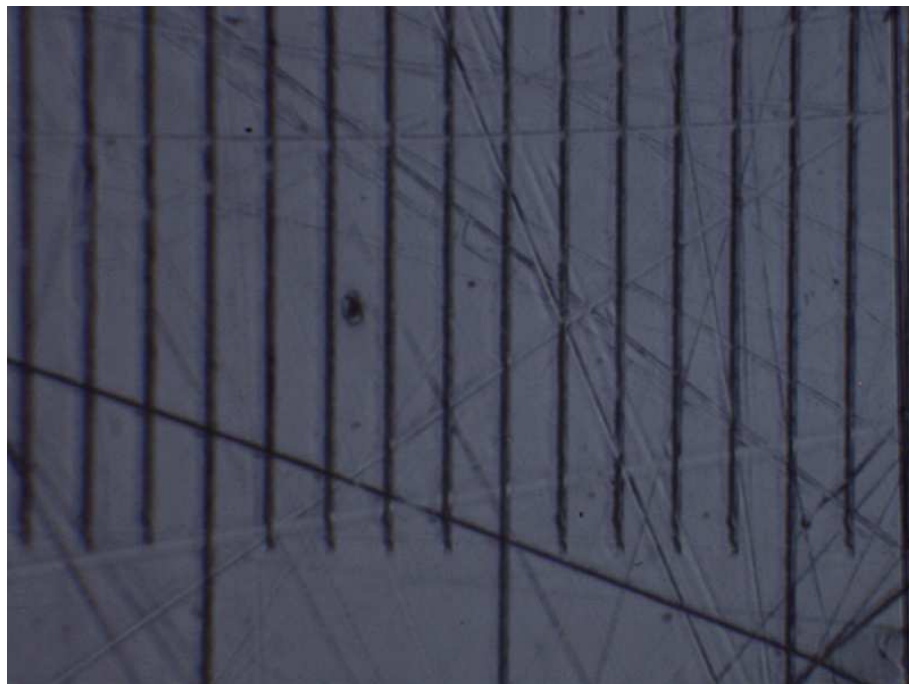


Figura 27: Imagem da régua de precisão, aumento de 40X.

As medições de microdureza foram realizadas no Laboratório de Caracterização de Materiais (LaCaM) /UERJ.

Neste trabalho, ao todo foram realizadas 30 medições de microdureza com penetrador Vickers e 30 medições de microdureza com penetrador Knoop. Para o mesmo ensaio e uma mesma carga foram efetuadas 10 medições, durante um tempo de 30 segundos, segundo o trabalho “*Metodologia para Medição de Microdureza Knoop do B4C*” (Carbeto de Boro) de RIBEIRO e DE LIMA.^[13]

4. RESULTADOS E DISCURSÕES

Neste capítulo serão demonstrados quais foram os tipos de ensaios de dureza considerados válidos e os resultados obtidos para os modelos numéricos dos ensaios de dureza Vickers e Knoop aplicados à amostra de carbetto de boro.

4.1. ENSAIOS VÁLIDOS

Uma quantidade significativa das medições não pôde ser considerada válida, pois de acordo com a norma, indentações que apresentam em suas impressões grandes poros, um pequeno poro em sua ponta, rachaduras em sua lateral ou se apresentou de forma assimétrica devem ser desconsideradas.^{[14][15]}

Na construção do presente trabalho a norma foi contrariada no que diz respeito a grandes trincas com início nas pontas da impressão, o qual também é considerado inválido pela norma. Contudo não faria sentido desconsiderá-las, pois é um dos principais objetos de estudo dessa dissertação. Mesmo seguindo esta lógica algumas impressões no qual apresentaram trincas que aparentemente foram influenciadas por poros ou falhas no material, foram descartadas.^{[14][15]}

Foram considerados como ensaios válidos, para este estudo, somente as imagens que apresentaram uma simetria entre os lados da impressão, não teve presença de grandes poros na impressão e com trincas que não foram influenciadas por outros meios além da tensão provocada pela indentação.

A figura 27 mostra alguns exemplos de impressões Knoop não aproveitadas e figura 28 mostra imagens de impressões de indentação Knoop onde o crescimento da trinca foi influenciado por um poro.

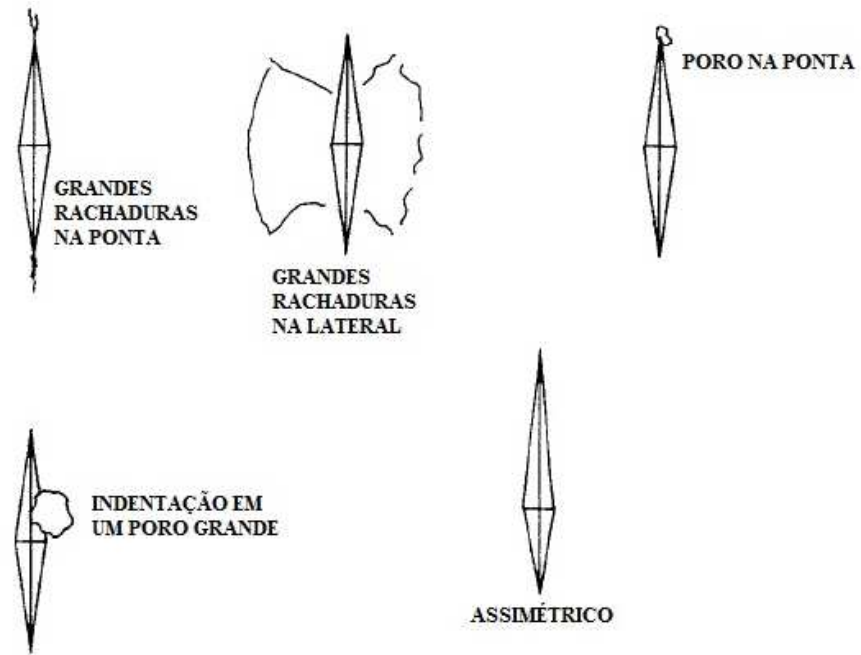


Figura 28: Exemplo de impressões de indentações Knoop inaceitáveis. Fonte: RIBEIRO, DE LIMA, 2008, p. 39.

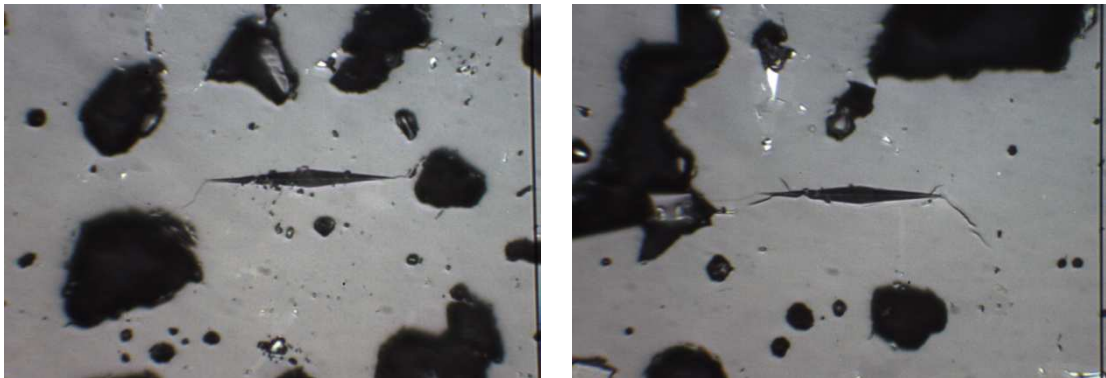


Figura 29: Impressões não utilizadas devido a influencia de poros no crescimento da trinca

Já a figura 29 mostra imagens de impressões Knoop que foram consideradas válidas para medição do comprimento de trinca.

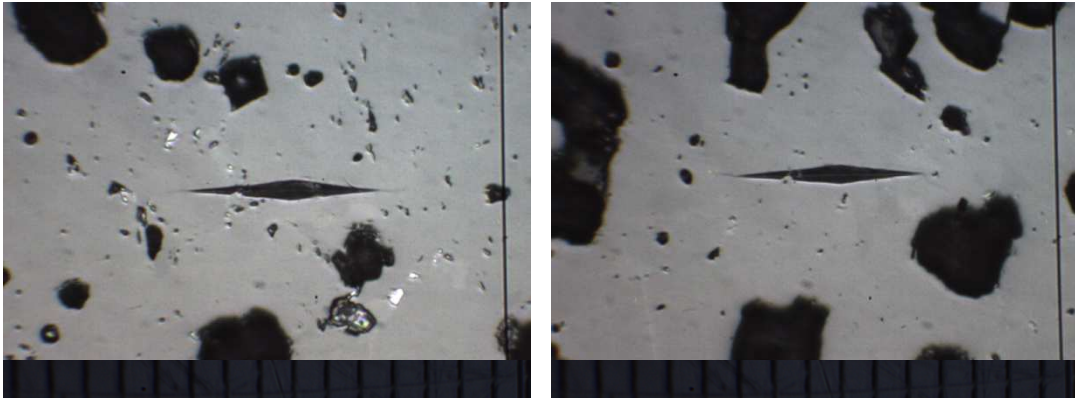


Figura 30: Impressões Knoop válidas

As ideias apresentadas anteriormente são semelhantes para o ensaio Vickers, então também para o ensaio Vickers foram considerados como ensaios válidos, para este estudo, somente as imagens que apresentaram uma simetria entre os lados da impressão, não teve presença de grandes poros na impressão e com trincas que não foram influenciadas por outros meios além da tensão provocada pela indentação.

a figura 30 mostra alguns exemplos de impressões Vickers não aproveitadas e a figura 31 mostra imagens de impressões Vickers que foram consideradas válidas para medição do comprimento de trinca.

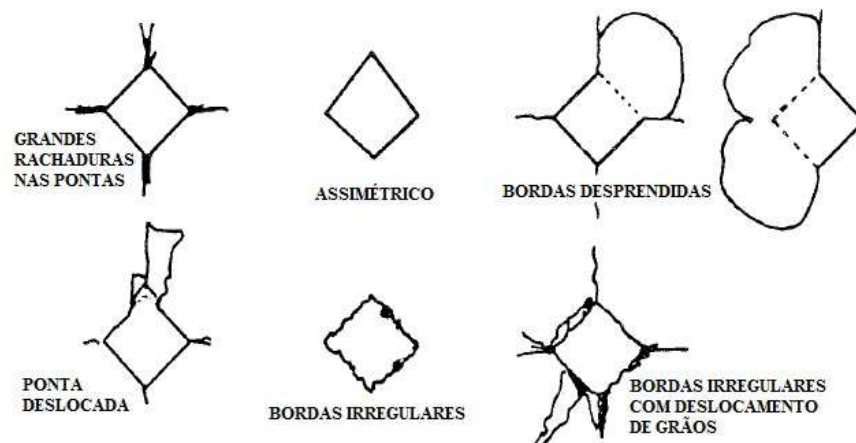


Figura 31: Exemplo de impressões de indentações Vickers inaceitáveis. Fonte: RIBEIRO, DE LIMA, 2008, p. 33.

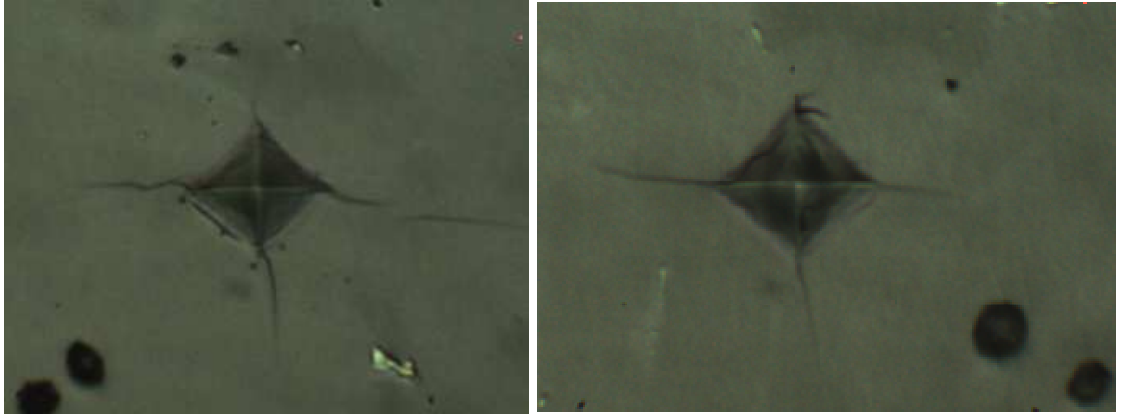


Figura 32: Impressões Vickers válidas

4.2. RESULTADOS PARA O ENSAIO VICKERS

Após a realização de várias indentações, as melhores imagens para a avaliação de trincas foram selecionadas utilizando os métodos descritos acima. A tabela 4 mostra os valores médios de comprimento de trinca a , os valores médios do comprimento das diagonais d e a metade do comprimento total de trinca c para cada ensaio.

Tabela 4: Resultados das medições das impressões do ensaio de dureza Vickers em metros

ENSAIO	200g			300g			500g		
	a	d	c	a	d	C	A	d	C
1	6,31E-06	1,10E-05	1,18E-05	1,10E-05	1,37E-05	1,79E-05	9,13E-06	1,83E-05	1,83E-05
2	7,18E-06	1,10E-05	1,27E-05	9,33E-06	1,23E-05	1,55E-05	1,50E-05	1,94E-05	2,47E-05
3	4,86E-06	1,11E-05	1,04E-05	8,52E-06	1,58E-05	1,64E-05	1,54E-05	1,70E-05	2,39E-05
4	5,64E-06	1,06E-05	1,09E-05	8,85E-06	1,40E-05	1,58E-05	1,46E-05	1,72E-05	2,32E-05
5	5,15E-06	1,08E-05	1,06E-05	1,07E-05	1,39E-05	1,76E-05	9,51E-06	1,96E-05	1,93E-05
6	2,55E-06	1,05E-05	7,79E-06	7,20E-06	1,42E-05	1,43E-05	1,40E-05	1,85E-05	2,33E-05
7	8,04E-06	1,08E-05	1,34E-05	1,01E-05	1,44E-05	1,73E-05	1,33E-05	1,67E-05	2,16E-05
8	4,57E-06	1,10E-05	1,01E-05	7,97E-06	1,42E-05	1,50E-05	1,54E-05	1,86E-05	2,46E-05
9	6,75E-06	1,04E-05	1,20E-05	1,07E-05	1,37E-05	1,75E-05	1,13E-05	1,85E-05	2,05E-05
10	5,17E-06	1,12E-05	1,08E-05	9,76E-06	1,43E-05	1,69E-05	1,71E-05	1,88E-05	2,65E-05
Média	5,62E-06	1,08E-05	1,10E-05	9,41E-06	1,40E-05	1,64E-05	1,35E-05	1,82E-05	2,26E-05

A figura 32 mostra as dimensões existentes na impressão Vickers que foram utilizadas na tabela 4.

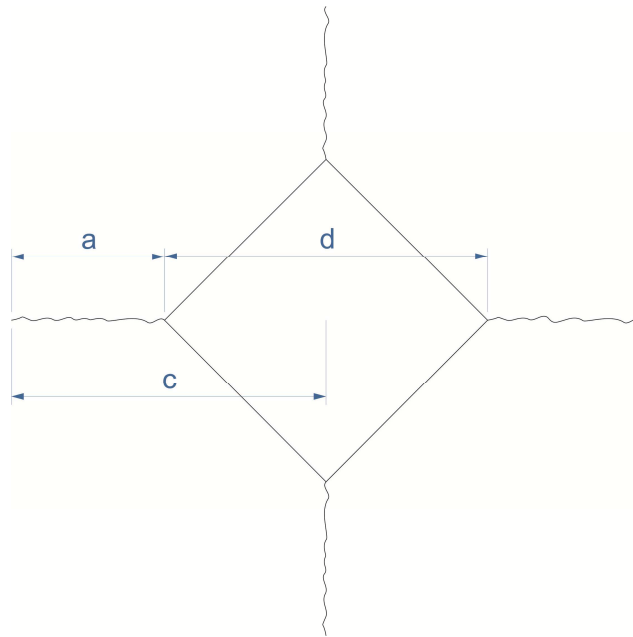


Figura 33: Esquema de medições para impressão vickers

Aplicando os resultados do comprimento das diagonais d mostrados pela Tabela 4 na equação 1 obtém-se resultados dos valores de dureza Vickers. Calculando a média desses valores de dureza e também o desvio padrão pode-se construir um gráfico de dureza Vickers x Carga de indentação aplicada mostrado pela figura (34):

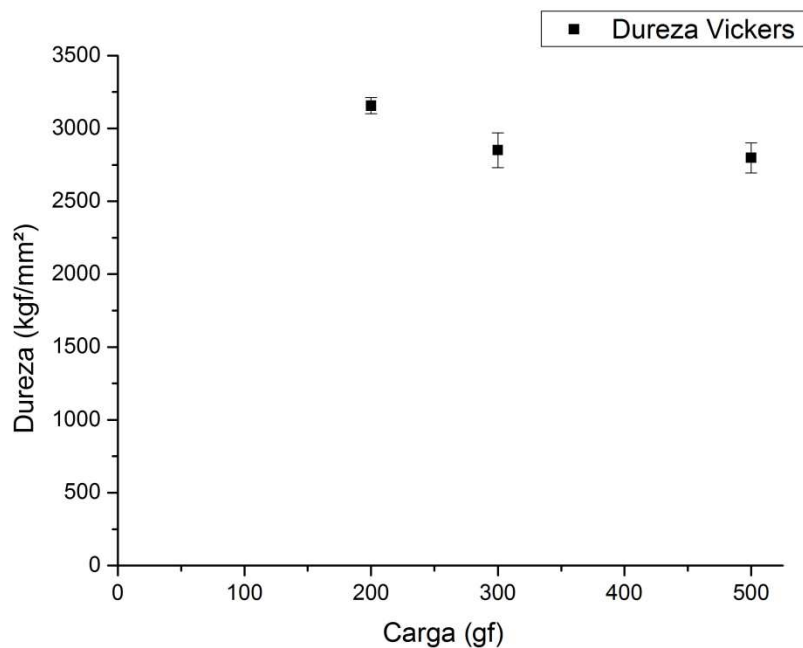


Figura 34: Gráfico de dureza Vickers em função carga de indentação aplicada

Segundo o estudo de Cosentino^[3], apesar da simplicidade em realizar os ensaios de microdureza, os valores obtidos pelo ensaio de microdureza para materiais cerâmicos podem sofrer influência pela geometria do indentador, carga aplicada, taxa de aplicação de carga, acabamento superficial da amostra e microestrutura do material.

O gráfico da figura 33 mostra uma queda no valor de dureza o que é aceitável, pois quando se empregam cargas baixas as medidas obtidas de dureza não condizem com a realidade ao apresentarem valores elevados. Na medida em que o valor da carga aplicada aumenta, a dureza diminui até atingir um valor estável, esse valor estável é condizente com o real valor de dureza do material. Tal efeito pode ser atribuído à metodologia de ensaio, forças de atrito internas, movimento de discordâncias, recuperação elástica e trincas. Na realidade, todos estes fatores interagem entre si, não havendo apenas um único responsável. Partindo deste princípio citado pode-se afirmar que o gráfico da figura 33 mostra que os ensaios e suas medições foram realizados de forma adequada.^[3]

Aplicando as médias dos resultados dos valores da metade do comprimento total de trinca c , apresentados pela Tabela 4, na equação 31 e calculando o desvio padrão para cada carga aplicada, pode-se construir um gráfico comparando-se o valor da tenacidade à fratura k_{Ic} dividida pelo fator que depende da indentação k , em função da carga aplicada mostrado pela figura abaixo:

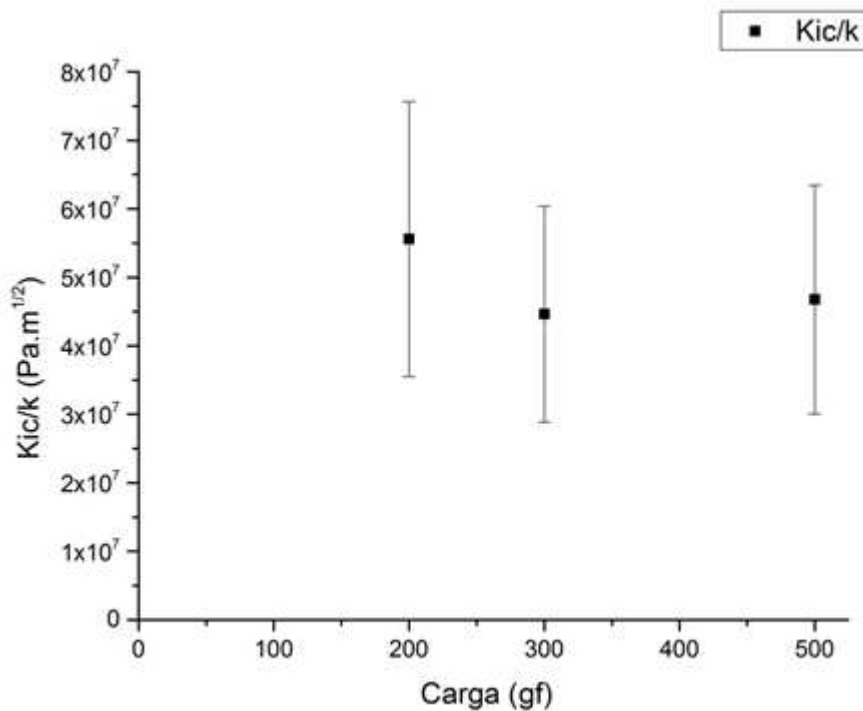


Figura 35: Gráfico de K_{Ic}/k em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Vickers

O gráfico apresentado pela figura 35 mostra a carga aplicada em função da tenacidade à fratura dividida pelo fator geométrico do indentedor, os resultados com uma grande margem de erro, este fato pode ser justificado pela elevada porosidade da amostra (10% de porosidade), o que causou uma discrepância nos valores medidos dos comprimentos de trinca, ou seja, a cada indentação as trincas variavam em suas extensões. Os resultados deste gráfico serão melhores aproveitados quando comparados aos resultados Knoop.

Aplicando as médias dos resultados dos valores da metade do comprimento total de trinca c , apresentados pela Tabela 4, na equação 34 e calculando o desvio padrão para cada carga aplicada, pode-se construir um gráfico do valor da tenacidade à fratura em função da carga aplicada mostrado pela figura abaixo:

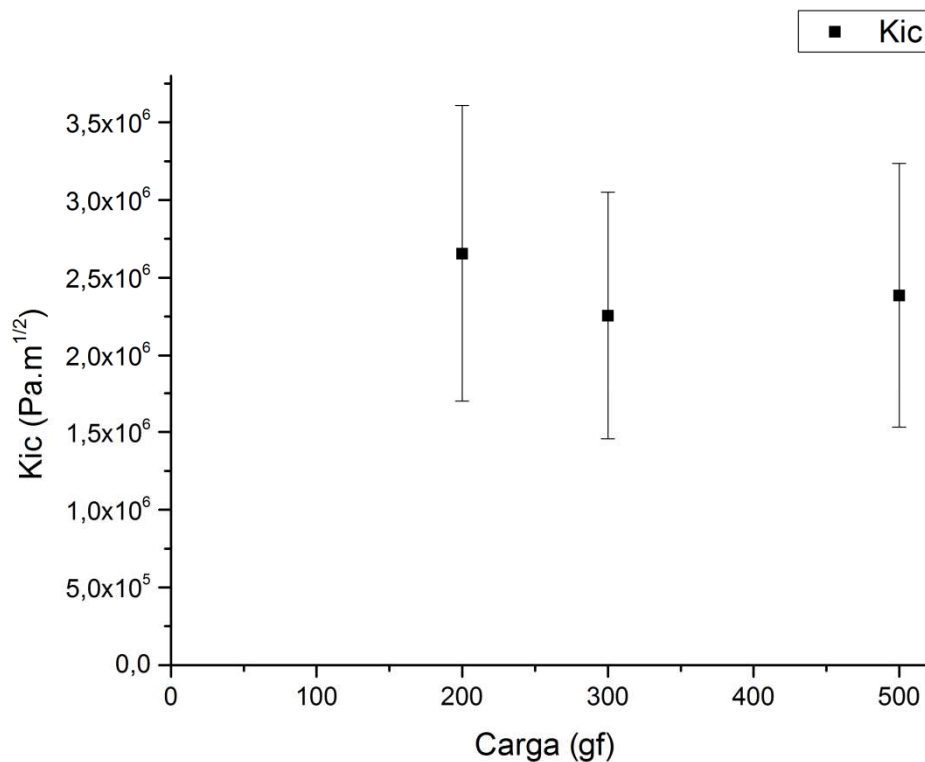


Figura 36: Gráfico de K_{ic} em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Vickers

Dentre todas as equações matemáticas mostradas no corpo desta dissertação a equação apresentada por Braun foi a utilizada, pois se mostrou de forma mais simples e fácil a apresentar valores confiáveis, além disto foi uma equação utilizada por outros autores. Exemplificando esta afirmação podemos citar o pesquisador Lafiti, onde dentre várias equações apresentadas em seu artigo ele utilizou o modelo idêntico ao apresentado.^{[6][31]}

De forma semelhante ao gráfico anterior o excesso de erro se deve ao fato de que o comprimento das trincas variou excessivamente devido a uma elevada porosidade da amostra.

O gráfico da figura 36 apresenta uma margem de erro considerável, contudo um valor médio de 2,4, esse valor não ficou muito distante do valor encontrado na literatura apresentando uma redução de 0,3 a 1,0 MPa.m^{1/2}, que gira entre 2,7 e 3,4 MPa.m^{1/2}, essa redução pode ser parcialmente justificada por diversos fatores: diferença na porosidade e método de sinterização das amostras em estudo, diferentes métodos de obtenção de dados, a fragilidade do material, entre outros. Outro ponto que pode ser observado, é que para o material em questão, a determinação da tenacidade à fratura independe da carga aplicada sobre a amostra em função da margem de erro das medidas.^{[26][29]}

4.3. RESULTADOS PARA O ENSAIO KNOOP

Após a realização de várias indentações Knoop, as melhores imagens para a avaliação de trincas foram selecionadas utilizando os métodos nos tópicos anteriores. A tabela 5 mostra os valores médios do comprimento das diagonais d e a metade do comprimento total de trinca c para cada indentação Knoop.

Tabela 5: Resultados das medições das impressões do ensaio de dureza Knoop em metros

ENSAIO	200g		300g		500g	
	d	c	d	C	d	c
1	3,04E-05	2,17E-05	4,22E-05	2,56E-05	5,78E-05	3,33E-05
2	3,06E-05	2,11E-05	3,99E-05	2,46E-05	5,58E-05	3,41E-05
3	3,14E-05	2,20E-05	4,12E-05	2,57E-05	5,83E-05	3,57E-05
4	3,07E-05	2,10E-05	4,02E-05	2,48E-05	5,47E-05	3,47E-05
5	3,13E-05	2,06E-05	4,05E-05	2,32E-05	5,60E-05	3,45E-05
6	3,07E-05	1,90E-05	4,13E-05	2,70E-05	6,05E-05	3,98E-05
7	3,05E-05	2,04E-05	4,09E-05	3,13E-05	5,64E-05	3,57E-05
8	2,90E-05	1,81E-05	4,18E-05	2,52E-05	6,03E-05	3,47E-05
9	3,04E-05	2,17E-05	4,01E-05	2,85E-05	5,77E-05	3,69E-05
10	3,00E-05	1,80E-05	3,97E-05	2,86E-05	5,62E-05	3,91E-05
Média	3,05E-05	2,08E-05	4,05E-05	2,70E-05	5,64E-02	3,57E-05

A figura 36 mostra as dimensões existentes na impressão Knoop que foram utilizadas na tabela 5.

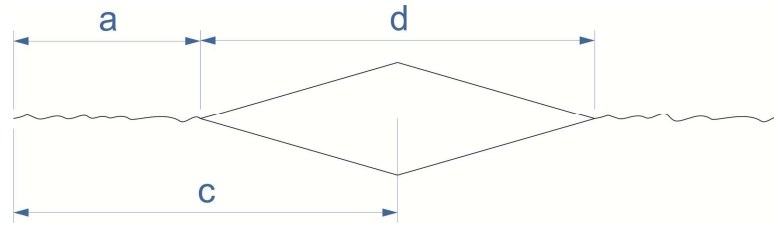


Figura 37: Esquema de medições para impressão Knoop

Aplicando os resultados do comprimento das diagonais d mostrados pela Tabela 5 na equação 2 obtém-se resultados dos valores de dureza Knoop. Calculando a média desses valores de dureza e também o desvio padrão pode-se construir um gráfico de dureza Knoop em função da carga de indentação aplicada (figura 38).

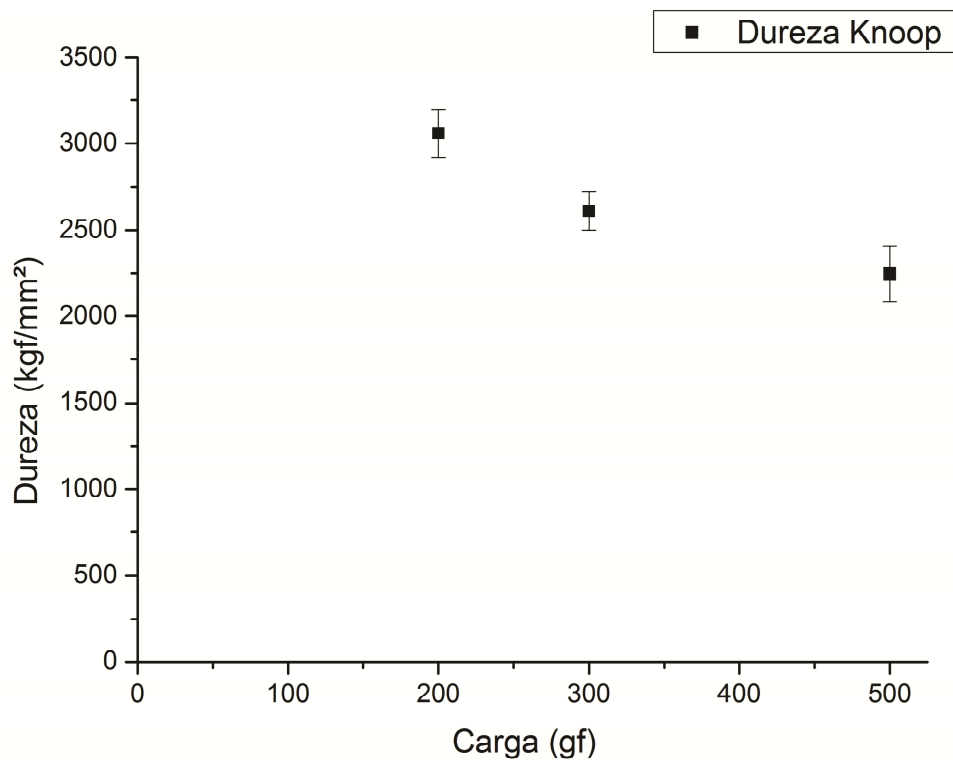


Figura 38: Gráfico de dureza Knoop em função carga de indentação aplicada

Partindo dos mesmos princípios explicados para o ensaio de microdureza Vickers no tópico anterior, pode-se afirmar que o gráfico da figura 37 mostra resultados aceitáveis de dureza Knoop, então os valores acima demonstram que os ensaios e suas medições foram realizados de forma adequada.

Utilizando-se as médias dos resultados dos valores da metade do comprimento total de trinca c , apresentados pela Tabela 5, na equação 38 e calculando o desvio padrão para cada carga aplicada, pode construir um gráfico comparando o valor da tenacidade à fratura dividida pelo fator que depende da indentação k em função da carga aplicada mostrado pela figura a seguir:

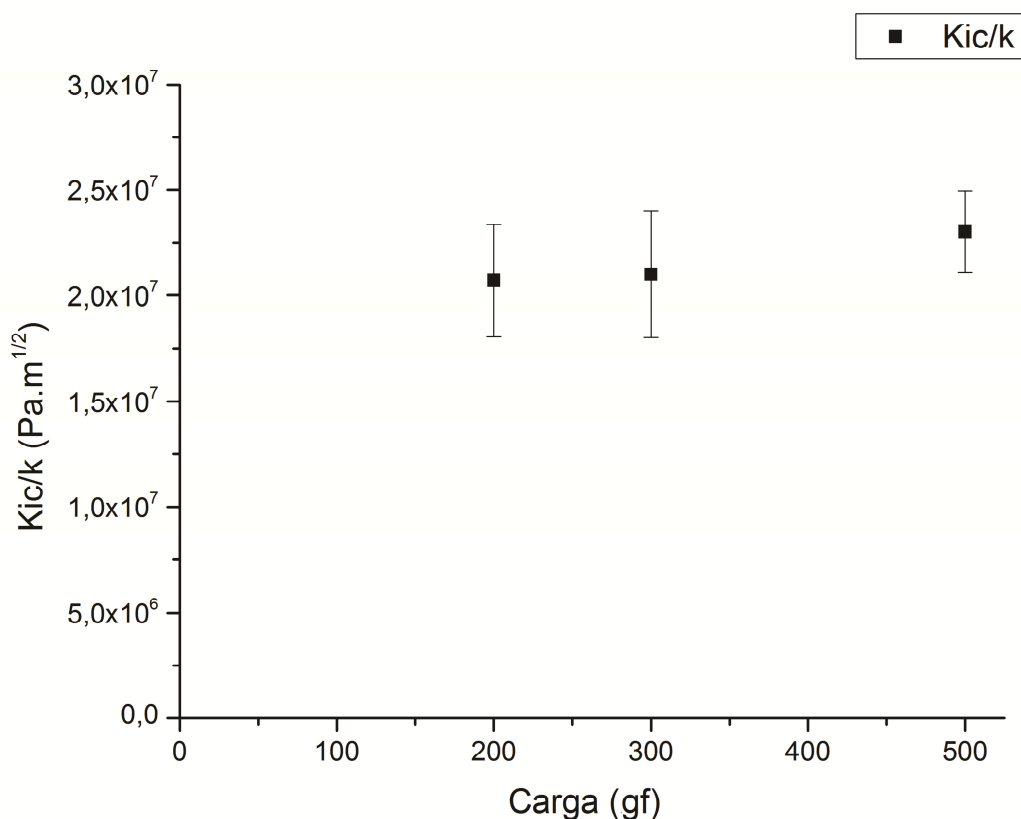


Figura 39: Gráfico de K_{ic}/k em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Knoop

O excesso de porosidade da amostra provocou uma variação excessiva no comprimento das trincas medidas, sendo o principal provocador do alto valor do desvio padrão mostrado pelas figuras 35, 36 e 39, contudo pode-se observar certa linearidade nos gráficos em questão, o que demonstra que tanto para o ensaio Vickers como para o ensaio Knoop, na faixa de carga utilizada, a determinação da tenacidade à fratura independe da carga aplicada sobre a amostra em função da margem de erro das medidas.

Nenhum dos autores que estudaram o modelo Knoop chegou a uma formulação matemática que determinasse diretamente o valor de tenacidade à fratura apenas utilizando-se as ferramentas disponíveis em um microdurômetro, assim, diferentemente do que foi apresentado para o modelo Vickers não foi possível apresentar valores finais de tenacidade à fratura e sim valores de tenacidade à fratura dividida pelo fator geométrico.

Comparando os gráficos que demonstram K_{ic}/k em função da carga de indentação aplicada para o ensaio Vickers e Knoop, figuras 35 e 39 respectivamente, se pode observar claramente que mesmo com a elevada porosidade da amostra a margem de erro diminuiu consideravelmente para o ensaio Knoop, tal fato mostra que o desenvolvimento de um modelo matemático para o ensaio Knoop poderia diminuir consideravelmente os erros de medidas de K_{ic} a partir de indentações para cerâmicas avançadas.

O valor numérico da parcela $\frac{P}{c^{3/2}}$ da equação 39 não sofreu variações consideráveis ao variar o valor da carga de indentação, comportando-se de maneira estável, ou seja, mesmo variando a carga o valor da parcela não se modifica, o que contradiz com o que foi afirmado por Gong e Guan, quando expuseram que não poderíamos esperar um valor constante de $\frac{P}{c^{3/2}}$ para o ensaio Knoop, assim os gráficos citados acima se tornam promissores para a determinação de um valor para o fator adicional a parcela $\frac{P}{c^{3/2}}$ da equação 39 (o fator k), devido a se tratar de um fator que depende da geometria da indentação, ele pode ser expandido em mais partes da equação partindo de uma possível comparação entre os modelos Vickers e Knoop.

5. CONCLUSÕES

No presente trabalho foram apresentadas algumas das teorias que descrevem a determinação da tenacidade à fratura a partir de medidas de microdureza Vickers e Knoop e foram obtidos os resultados experimentais preliminares sobre uma amostra de carbeto de boro sinterizada com porosidade de 10%.

Foi estudado um dos modelos apresentados para a indentadores Vickers. Esse modelo apresentou-se com uma margem de erro muito grande, contudo mesmo com esse erro, se pode concluir que para o material em questão o gráfico de k_{ic} demonstra que a determinação da tenacidade a fratura a partir de ensaios Vickers independe da carga aplicada sobre a amostra em função da margem de erro das medidas, na faixa de carga aplicada.

Foram descritos alguns modelos aplicados para indentadores Knoop, onde se considerou uma geometria radial para as trincas surgidas durante o ensaio. A partir das medidas experimentais das dimensões das trincas, é possível obter uma resposta em função do fator k , um coeficiente que depende do formato da indentação aplicada e do comportamento elastoplástico do material indentado.

Os valor médio aproximado encontrado de tenacidade à fratura fornecido pelo ensaio Vickers no presente texto foi de $2,4 \text{ MPa.m}^{1/2}$, onde comparado ao valor da literatura que gira entre $2,7$ e $3,4 \text{ Mpa.m}^{1/2}$, nota-se uma redução de $0,3$ a $1,0 \text{ MPa.m}^{1/2}$, essa redução pode ser parcialmente justificada por diversos fatores: diferença na porosidade e método de sinterização das amostras em estudo, diferentes métodos de obtenção de dados, a fragilidade do material, entre outros.

A parcela $\frac{P}{c^{3/2}}$ da equação 39 se comportou de maneira estável, ou seja, mesmo variando a carga o valor da parcela não se modifica, então partindo de uma possível comparação entre os modelos Vickers e Knoop é viável um estudo para determinação do fator k para o ensaio Knoop.

Os resultados apresentados se mostram promissores e novas medidas experimentais encontram-se a caminho, com o objetivo da determinação do valor da tenacidade à fratura em amostras sinterizadas de carbeto de boro.

6. SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

A partir dos resultados e da discussão deste trabalho, os seguintes itens podem ser avaliados com propostas de trabalhos futuros:

- Estudar a tenacidade à fratura no carbetto de boro com uma porosidade reduzida, cerca de 1%, o que deve acarretar em erros minimizados;
- Desenvolver um modelo matemático para o ensaio Knoop tomando como ponto de partida os resultados obtidos no presente trabalho;
- Utilizar o ensaio de microdureza instrumentado, o que possibilitaria o medir outras propriedades do material;
- Adicionar mais valores de cargas aplicadas nos ensaios de dureza;
- Realizar mais ensaios variando material, carga e indentadores.

REFERÊNCIAS

- [1] ASKELAND, D. R.; PHULÉ, P. P., *Ciência e engenharia dos materiais*. 2ª Edição. São Paulo: Cengage Learning, 2008.
- [2] CALLISTER, William D. Jr. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 7ª Edição. Rio de Janeiro: LTC, 2007.
- [3] COSENTINO, P. A. S. L. *Efeito de carbeto metálicos na sinterização do carbeto de boro por prensagem a quente*. 2006. 164f. Tese (Doutorado em ciências em engenharia metalúrgica e de materiais), COOPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2006.
- [4] ZAPAROLLI, Domingos. *Tratamento de superfície*, Revista Química e Derivados, maio de 2008, Edição nº 473.
- [5] DIAS, A. M. S., *Análise numérica do processo de fratura no ensaio de indentação vickers em uma liga de carboneto de tungstênio com cobalto*, 2004. 200f. Tese (Doutorado em Engenharia Metalúrgica e de Minas), Universidade Federal De Minas Gerais, Belo Horizonte, 2004.
- [6] BRAUN, S. E. *Efeito do Grau de Cristalização nas Propriedades Mecânicas de Vitrocerâmicas de Dissilicato de Lítio*. 2008. 82f. Dissertação (Mestrado em Ciências), UFPR, Curitiba - PR, julho de 2008.
- [7] KINOSHITA, T., *Stress singularity near the crack-tip in silicon carbide: investigation by atomic force microscopy*, Acta mater, Vol. 46, No. 11, p. 3963 – 3974, 1998.
- [8] LUBE, T.; FETT, T., *A threshold stress intensity factor at the onset of stable crack extension of Knoop indentation cracks*, Engineering Fracture Mechanics, p. 2263 – 2269, 2004.

- [9] GONG, J.; GUANB Z., *Strength/Crack-Size Relationship for Knoop-Indented Bending Specimens and Its Application to Silicon Nitride Ceramics*, Journal of the European Ceramic Society, i. 8, p. 891 – 899, 1998.
- [10] COELHO, M. R. L., *Estudo da influência do teor de TiB_2 , obtido pela reação in situ de B_4C e TiC , nas propriedades Mecânicas de cerâmicas a base de B_4C* . 2012. 103f. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear – Materiais), IPEN, São Paulo – SP, 2012.
- [11] COUTO, R. A. L. et al. *Processamento e Caracterização do Carbetto de Boro Produzido por Low Pressure Sintering*. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 20., 2012, Joinville.
- [12] VASCONCELOS, I. C., *Estudo ergonômico do colete à prova de balas utilizado na atividade policial*, 2007. 144f. Dissertação (Mestrado em Desenho Industrial), UNESP, Bauru - SP, 2007.
- [13] RIBEIRO, M. de S.; DE LIMA, W. L. S., *Metodologia para Medição de Microdureza Knoop do B_4C (Carbetto de Boro)*. 2012. 54f. Dissertação (Graduação em Engenharia Mecânica), Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro - RJ, 2012.
- [14] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM C1327 – 08: Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*. Estados Unidos, 2008.
- [15] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM E384 – 10^{El}: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials*. Estados Unidos, 2010.
- [16] BASTIAN, F. L., *Mecânica da Fratura*. 252f. Apostila (Arquivo do IPRJ).
- [17] CLEBER, F., *Mecânica da Fratura*. 72f. Apostila.
- [18] INGLIS, C.E., *Stresses in Plates Due to the Presence of Cracks and Sharp Corners*, Transactions of the Institute of Naval Architects, v. 55, p. 219 – 241, 1913.

- [19] GRIFFITH, A. A., *The Phenomena of Rupture in Flow in Solids*, Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical or Physical Character, v. 221, p. 163-198, 1921.
- [20] STROHAECKER, T. R., *Mecânica da Fratura*. 99f. Apostila.
- [21] EVANS, A. G. and CHARLES, E. A., Fracture Toughness Determinations by Indentation. *Journal American Ceramic Society*, v. 59, p. 371–372, 1976.
- [22] QUINN, G. D.; BRANDT, R. C., *On the Vickers Indentation Fracture Toughness Test*. *Journal American Ceramic Society*, v. 90, n. 3, p. 673–680, 2007.
- [23] MARSHALL, D. B.; LAWN, B. R., *Residual stress effects in sharp contact cracking*, *Journal of Materials Science*, v. 14, p. 2001-2012, 1979.
- [24] LAWN, B. R., FULLER, E. R., Equilibrium Penny-like Cracks in Indentation Fracture, *Journal of Materials Science*, 10, p2016-2024, 1975.
- [25] LAWN, B. R., EVANS, A. G., MARSHALL, D. B., Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System, *Journal of the American Ceramic Society*, v. 63, no 9-10, p574-581, 1980.
- [26] LEE, H.; SPEYER, R. F., *Hardness and Fracture Toughness of Pressureless-Sintered Boron Carbide (B_4C)*, *Journal American Ceramic Society*, v. 85, n. 5, p. 1291–93, 2002.
- [27] ANSITIS, G. R. et al. *A Critical Evolution of Indentation Techniques for Measuring fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements*. Australia, v. 64, n. 9, p. 533-538, set 1981.
- [28] QUINN, G. D. et al. *Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Room Temperature*, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, v. 97, n. 5, p. 579 – 607, 1992.

- [29] TURATTI, A. M., *Sinterização de carbeto de boro com alta resistência ao desgaste*, 2009. 111f. Dissertação (Mestrado em ciência dos materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2009
- [30] HYUN, H. C. et al. *Characteristics of indentation cracking using cohesive zone finite element techniques for pyramidal indenters*, International Journal of Solids and Structures, v. 51, p. 4327 – 4335, 2014.
- [31] LAFITI, H. et al. *Fracture toughness determination and microstructure investigation of a B₄C-NanoTiB₂ composite with various volume percent of Fe and Ni additives*, Materials and Design, v. 62, p. 392 – 400, 2014.
- [32] AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *ASTM C1421 – 01b: Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*. Estados Unidos, 2002.
- [33] DIAS, A. M. S.; MIRANDA, J. S.; GODOY, G. C., *Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro*, Revista Matéria, v. 14, n. 2, p. 869 – 877, 2009.

