

UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARANÁ

JUAN ELÍAS PEREZ IPIÑA

**TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL: ANÁLISE ESTATÍSTICA DE RESULTADOS,
AVALIAÇÃO DE UM VALOR MÍNIMO E ESTUDO DO LIMITE
COM O *UPPER SHELF***

CURITIBA

2011

JUAN ELÍAS PEREZ IPIÑA

**TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL: ANÁLISE ESTATÍSTICA DE RESULTADOS,
AVALIAÇÃO DE UM VALOR MÍNIMO E ESTUDO DO LIMITE
COM O *UPPER SHELF***

Tese de notório saber apresentada como requisito para obter o grau de Doutor em Engenharia Mecânica do Curso de Doutorado em Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Paraná, na área de concentração Mecânica.

CURITIBA

2011


TERMO DE APROVAÇÃO

JUAN ELÍAS PÉREZ IPIÑA

TRANSIÇÃO DÚCTIL FRÁGIL: ANÁLISE ESTATÍSTICA DE RESULTADOS,
AVALIAÇÃO DE UM VALOR MÍNIMO E ESTUDO DO LIMITE
COM O UPPER SHELF


Tese aprovada como requisito à obtenção de grau de Notório Saber em Engenharia Mecânica, área de concentração Mecânica, no Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Setor de Tecnologia da Universidade Federal do Paraná.


Banca Examinadora:


Prof. Dr. Fernando Luiz Bastian
Universidade Federal do Rio de Janeiro
Examinador Externo


Prof. Dr. Sergei Anatolyevitch Paschuk
Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Examinador externo


Prof. Dr. Paulo Sérgio Carvalho Pereira da Silva
Escola Politécnica da Universidade de São Paulo
Examinador externo


Prof. Dr. Carlos Mauricio Lepiński
Universidade Federal do Paraná
Examinador interno


Prof.^a Dr.^a Ana Sofia Clímaco Monteiro D'Oliveira
Universidade Federal do Paraná
Presidente da Banca Examinadora

Curitiba, 22 de março de 2011.

EPÍGRAFE

À minha família.

AGRADECIMENTOS

É difícil para uma pessoa que já não é jovem resumir em uma folha todos os agradecimentos para as pessoas que contribuíram direta ou indiretamente na realização desta Tese. Sem dúvida, algumas pessoas serão esquecidas.

Ao Professor Carlos Bavastri pelo estímulo e apoio para a realização deste trabalho.

Aos colegas e amigos Professores Ricardo Prado e Ruben Milocco de UNComa, Alejandro Yawny do Centro Atômico Bariloche e Enrique Mariano Castrodeza da COPPE UFRJ pela amizade, pelo apoio e pelos momentos de descontração.

A todos aqueles que, direta ou indiretamente, contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho. Uma especial menção para Paulo Roberto Chiquito que ajudou grandemente com a tradução ao Português.

À minha esposa Beatriz, meus filhos, e família, pelos incentivos em todos os momentos deste trabalho.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPR por permitir esta defesa.

E sem dúvida agradeço aos meus pais pela educação e pelos seus princípios que me fizeram chegar até aqui.

Aos companheiros e colaboradores do GMF / LPM da Universidad Nacional del Comahue, Neuquén, Argentina; Eduardo Benotti, Jéssica Wainstein, Ivan Korin.

Aos meus ex-alunos de pós-graduação Carlos Berejnoi, Roxana Cocco e César Larrainzar, que contribuíram muito no conteúdo desta Tese.

Aos meus velhos Mestres, Heraldo Biloni, Carlos Martinez Vidal, José Ovejero García, Lucio Iurman e Hugo Ernst. Com eles aprendi muito de ciência e tecnologia, mas também a importância da pesquisa para o desenvolvimento de um país.

RESUMO

O estudo do comportamento dos aços estruturais no intervalo de temperaturas chamado de transição dúctil-frágil, onde o modo de fratura é misto, tem sido objeto de muitas pesquisas nas últimas décadas. A mecânica da fratura permite, mediante a utilização dos parâmetros J_C e δ_C , caracterizar a tenacidade à fratura em instabilidades por clivagem, especialmente quando as mesmas ocorrem após deformação plástica considerável e/ou crescimento estável de trinca. Por outro lado, na região da transição dúctil-frágil existe uma dispersão muito ampla dos valores de tenacidade, influenciada entre outras coisas pelo tamanho do corpo de prova, o que leva à necessidade da utilização de modelos estatísticos para o seu tratamento. Nesta tese se mostra que os modelos dos valores de tenacidade descritos por funções de Weibull de três parâmetros expressadas em termos do parâmetro J_C ou em termos de K_{Jc} não são equivalentes. Adicionalmente, é apresentada uma reinterpretação da curva de transição, definindo regiões de coexistência de diferentes mecanismos. Nesta interpretação se postula que, ao contrário do que o modelo *weakest link* propõe, a dispersão de resultados a temperaturas próximas ao *upper shelf* diminui quando a temperatura aumenta e o tamanho do corpo de prova diminui. A reinterpretação da curva de transição também permite explicar a dependência do limite entre a transição e o *upper shelf* com o tamanho do corpo de prova. Os modelos propostos são contrastados com dados experimentais de aços ferríticos e de polímeros termoplásticos modificados com borracha. Para os polímeros foi proposto que diferentes mecanismos podem acontecer nas mesmas condições de teste e, adicionalmente, a determinação de um limiar de tenacidade é analisada. Os resultados são apresentados em forma de gráficos e extensamente discutidos.

Palavras-chave: Tenacidade à fratura. Transição dúctil-frágil. Competência de mecanismos. *Upper shelf*. Análise estatística. Aços ferríticos. Polímeros termoplásticos.

ABSTRACT

The study of structural steels in the temperature region called ductile-to-brittle transition, where the fracture mode is mixed, has been the subject of many research projects during the last decades, resulting in a large number of scientific publications. Fracture mechanics allows, by using the parameters J_C and δ_C , to characterize the fracture toughness for cleavage instability, especially when it occurs after considerable plastic deformation and also stable crack growth. On the other hand, a very wide scatter in fracture toughness values is present, including a size effect, being necessary to employ statistical analysis for its treatment. In this thesis is shown that the fracture toughness values described by three parameter Weibull functions expressed in terms of J_C or in terms of K_{J_C} are not equivalent. Additionally, a reinterpretation of the transition curve is presented, proposing regions where different mechanisms coexist. In opposition to that anticipated by the weakest link model, the scatter at temperatures close to the upper shelf reduces as temperature increases and the specimen size reduces. This reinterpretation also helps to explain the dependence with the specimen size of the boundary temperature between the transition region and the upper shelf. The proposals are verified with experimental data of ferritic steels and thermoplastic polymers. In the case of polymers, the occurrence of different mechanisms at the same test conditions is postulated and, additionally, the determination of a threshold in the toughness values is analyzed. Results are graphically presented and extensively discussed.

Keywords: Fracture toughness. Ductile-to-brittle transition. Mechanisms competence. Upper shelf. Statistical analysis. Ferritic steels. Thermoplastic polymers.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1.1 - Fatores que interagem no processo de fratura.	15
Figura 1.2 - Processos de embotamento e crescimento de trincas.....	16
Figura 1.3 - Convenções para J.	18
Figura 1.4 - Densidade de energia de deformação.	18
Figura 1.5 - Diferença de trabalho realizado em corpos de prova com comprimentos de trinca levemente diferentes.	19
Figura 1.6 - Curva de resistência J-R.....	20
Figura 1.7 - Variação no comportamento da fratura com a temperatura.....	21
Figura 1.8 - Respostas P vs. V a temperaturas distintas.....	22
Figura 1.9 - Correlação entre os mecanismos dúctil e frágil	23
Figura 1.10 - A transição de acordo com a Mecânica da Fratura.....	23
Figura 1.11 - Dispersão de resultados de tenacidade à fratura.....	24
Figura 1.12 - Efeito de tamanho na transição.....	24
Figura 1.13 - Densidade de probabilidade em 3P-W.....	28
Figura 1.14 - A <i>master curve</i> da ASTM (Wallin, 1992).....	30
Figura 2.1 - A função de probabilidade acumulada de Weibull	33
Figura 2.2 - A função de densidade de probabilidade de Weibull	33
Figura 2.3 - Probabilidade acumulada em função da inclinação.	35
Figura 2.4 - Densidade de probabilidade em função da inclinação.	35
Figura 2.5 - Gráfico de Weibull em função de m. $x_0=55$; $x_u=20$	39
Figura 3.1 - 2P-W(J) b=2.....	47
Figura 3.2 - 2P-W(J) b=4.....	47
Figura 3.3 - 2P-W(J) b=2.....	47
Figura 3.4 - 2P-W(J) b=4.....	47
Figura 3.5 - O fator ξ	50
Figura 3.6 - Funções de densidade de probabilidade (a), probabilidade acumulada (b) e gráfico de Weibull (c) para os parâmetros considerados.	51
Figura 3.7 - Resultados obtidos em Opção 1a e Opção 1b.....	53
Figura 3.8 - Resultados obtidos em Opção 2	53
Figura 3.9 - Comparação de probabilidades acumuladas	54

Figura 3.10 - Influência das mudanças nos parâmetros de escala (a), limite (b) e forma (c).....	55
Figura 3.11 - Comparação de probabilidades acumuladas	56
Figura 4.1 - Efeito da espessura na 3P-W	63
Figura 4.2 - Efeito de tamanho na curva de tenacidade por clivagem.....	64
Figura 4.3 - Limite entre a transição e o <i>upper shelf</i>	65
Figura 4.4 - Efeito de tamanho pela concorrência de mecanismos frágil e dúctil.....	65
Figura 4.5 - <i>Upper shelf</i> dado por J_{max}	66
Figura 4.6 - Sub-regiões na transição.	67
Figura 4.7 - Efeito de tamanho no limite entre transição e <i>upper shelf</i>	68
Figura 4.8 - Região de início do upper shelf.....	68
Figura 4.9 - Resultados do <i>round robin</i> da ESIS 2002	71
Figura 5.1 - Corpo de prova SE(B).....	78
Figura 5.2 - Curva carga-deslocamento para PPH.....	80
Figura 5.3 - Registro carga-deslocamento - Corpo de Prova 16 C.....	80
Figura 5.4 - Registro carga-deslocamento: Corpo de Prova 15 C.....	81
Figura 5.5 - Registro carga-deslocamento: Corpo de Prova 17 C.....	81
Figura 5.6 - Ajuste da função probabilidade acumulada aos pontos experimentais para o PPH.....	82
Figura 5.7 - Ajuste da função probabilidade acumulada aos pontos experimentais para o PPH/POES.....	82
Figura 5.8 – a) Densidade de probabilidade para o PPH (à esquerda).....	82
Figura 5.9 - a) Gráficos de Weibull para o PPH. b) Gráficos de Weibull para o PPH/POes.	83
Figura 5.10 - Tenacidade em função da temperatura, de acordo com Fernando e Williams (1980).....	88
Figura 5.11 - Interpretação da curva de transição dúctil-frágil para polímeros.....	91

LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1 - Valores usados nos exemplos	52
Tabela 4.1 - Descrição dos grupos de dados.....	70
Tabela 5.1 - Condições de ensaio.....	78
Tabela 5.2 - Parâmetros da função distribuição de probabilidade para o PPH.	83
Tabela 5.3 - Parâmetros da função distribuição de probabilidade para a mistura PPH/POes.....	84
Tabela 5.4 - Limites de correção.....	85

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	14
1.1	INTRODUÇÃO À MECÂNICA DA FRATURA	14
1.2	MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA (MFLE)	15
1.3	MECÂNICA DA FRATURA ELASTO-PLÁSTICA (MFEP)	16
1.3.1	O Critério CTOD	16
1.3.2	O Critério da Integral J	17
1.3.3	A Curva de Resistência J-R	19
1.4	TENACIDADE À FRATURA NA REGIÃO DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL	20
1.4.1	Teoria da Diferença de Restrição à Deformação Plástica (Diferença de Restrição)	25
1.4.2	Teoria Estatística	25
1.5	TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS EXPERIMENTAIS	25
1.5.1	Proposta de Landes e Shaffer	26
1.5.2	Proposta de Landes e McCabe	27
1.5.3	Proposta de Wallin	28
1.6	A MASTER CURVE DA NORMA ASTM E1921	29
1.7	TEMAS ABERTOS NA TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL	30
1.8	OBJETIVOS DA TESE	31
2	A FUNÇÃO DE WEIBULL	32
2.1	INTRODUÇÃO	32
2.2	COMPORTAMENTO DA FUNÇÃO DE WEIBULL	34
2.3	ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE WEIBULL A PARTIR DE DADOS EXPERIMENTAIS	36
2.3.1	Método da Máxima Probabilidade	36
2.3.2	Método da Regressão Linear	37
3	COMPARAÇÃO DE PARÂMETROS DE 3P-WEIBULL, BASEADOS NOS	

VALORES DE J_c e de K_{Jc}	42
3.1 INTRODUÇÃO	42
3.2 ANÁLISE DOS PARÂMETROS 3P-W, EM TERMOS DE J E K	44
3.2.1 <i>Opção 1</i>	45
3.2.2 <i>Opção 2</i>	50
3.3 EXEMPLOS NUMÉRICOS.....	51
3.3.1 <i>Opções 1a e 1b</i>	52
3.3.2 <i>Opção 2</i>	53
3.3.3 <i>Análise de Sensibilidade Para a Opção 1.b.</i>	54
3.3.4 <i>Comparações Entre Opções 1.a, 1.b e 2.</i>	55
3.4 DISCUSSÃO	56
3.5 CONCLUSÕES DA SEÇÃO.....	59
4 REINTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO, EFEITO DE TAMANHO E INÍCIO DO <i>UPPER SHELF</i>	61
4.1 EFEITO DE TAMANHO NA TRANSIÇÃO.....	61
4.2 CARACTERIZAÇÃO DA TENACIDADE NO <i>UPPER SHELF</i>	64
4.3 REINTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL.....	65
4.4 CORROBORAÇÃO EXPERIMENTAL.....	68
4.5 CONCLUSÕES DA SEÇÃO.....	74
5 A TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL EM POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS SEMICRISTALINOS	76
5.1 CARACTERIZAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA	76
5.2 MATERIAIS E TÉCNICAS EXPERIMENTAIS.....	77
5.2.1 <i>Materiais</i>	77
5.2.2 <i>Técnicas experimentais</i>	77
5.2.3 <i>Tenacidade Limite: Análise Estatística</i>	79
5.3 RESULTADOS	79
5.4 DISCUSSÃO SOBRE A DISPERSÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE WEIBULL.....	84

5.5 INTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL PARA POLÍMEROS	87
5.5.1 <i>Descrição do Comportamento de Transição Dúctil-Frágil de Polímeros....</i>	87
5.5.2 <i>Ensaio em Condições de Referência (v = 20mm/min e T = 23^o C).....</i>	88
5.5.3 <i>Ensaio Variando as Condições Relativas à Referência</i>	89
5.5.4 <i>Proposta de Interpretação da Transição em Polímeros.....</i>	90
5.6 RESUMO DO SEÇÃO.....	93
6 CONCLUSÃO.....	94
REFERÊNCIAS.....	96
APÊNDICE I.....	101

1 INTRODUÇÃO

1.1 INTRODUÇÃO À MECÂNICA DA FRATURA

A mecânica da fratura, um ramo relativamente novo na Ciência dos Materiais, estuda as combinações de tensão, tenacidade e tamanho de trinca que podem produzir a extensão da trinca gerando, eventualmente, a fratura do componente ou da estrutura.

A aplicação da mecânica da fratura resulta da necessidade de evitar falhas catastróficas de grande importância econômica e também que essas coloquem em perigo vidas humanas. A mecânica da fratura é aplicada nos mais diversos campos da engenharia, tais como projeto, construção e operação de navios, estruturas *off-shore*, vasos de pressão, tubulações, pontes, aviões, peças para geração de energia, etc.

Os critérios clássicos de projeto são normalmente insuficientes para prevenir a fratura estrutural e, para isso, é necessário utilizar as ferramentas da mecânica da fratura. Isso fornece um método pelo qual se pode relacionar uma propriedade do material (tenacidade à fratura ou resistência ao crescimento de trinca), com uma característica da estrutura (combinação de tamanho de trinca e seu estado atual de tensão), e determinar se o material com um dado defeito suportará o estado de tensões presente na estrutura (Anderson, 1995).

Basicamente, a mecânica da fratura tenta explicar e prever a interação entre os três vértices do triângulo da figura 1.1, ou seja, a interação entre as tensões atuantes na peça ou componente, o tamanho dos defeitos presentes e a resistência ao crescimento de trincas do material (tenacidade à fratura).

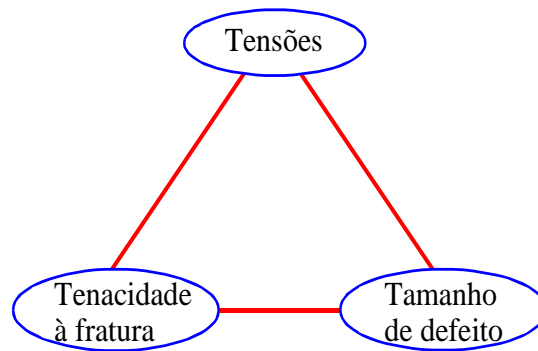


Figura 1.1 - Fatores que interagem no processo de fratura.

1.2 MECÂNICA DA FRATURA LINEAR ELÁSTICA (MFLE)

Realizando um resumo muito simplificado e considerando as hipóteses de um comportamento linear elástico e plasticidade de pequena escala, existe um parâmetro que governa o estado de tensões na ponta da trinca, denominado fator de intensidade de tensões, K_I . Este fator pode ser avaliado para qualquer condição de carga, geometria e comprimento de trinca, por meio da eq. (1.1),

$$K_I = Y\sigma\sqrt{\pi a} \quad (1.1)$$

onde Y é um fator geométrico, σ é a tensão atuante na direção perpendicular ao plano da trinca e a é o comprimento da trinca.

Quando o fator de intensidade de tensões atinge seu valor crítico, a trinca se torna instável e começa a crescer rapidamente. Este valor, chamado de K_{IC} , é denominado tenacidade à fratura do material, uma característica de cada material que depende do seu estado metalúrgico, da velocidade de aplicação de carga e da temperatura. Tal valor pode ser determinado experimentalmente, mediante ensaios normalizados como ASTM E399 (ASTM, 2008).

Logo, para evitar a fratura frágil, deve-se considerar que:

$$K_I < K_{IC} \quad (1.2)$$

A MFLE parece dar uma boa resposta ao problema da fratura, mas, em materiais metálicos de uso estrutural, é muito comum que a deformação plástica na

ponta da trinca não seja pequena, o que lhe impossibilita a aplicação. Faz-se necessário, portanto, recorrer a outras ferramentas da mecânica da fratura.

1.3 MECÂNICA DA FRATURA ELASTO-PLÁSTICA (MFEP)

A MFEP aplica-se em materiais em que haja deformação plástica em grande escala, utilizando parâmetros como a integral **J** ou **CTOD**, com os quais se podem relacionar a tenacidade à fratura do material, o tamanho dos defeitos e as tensões aplicadas em um componente ou estrutura.

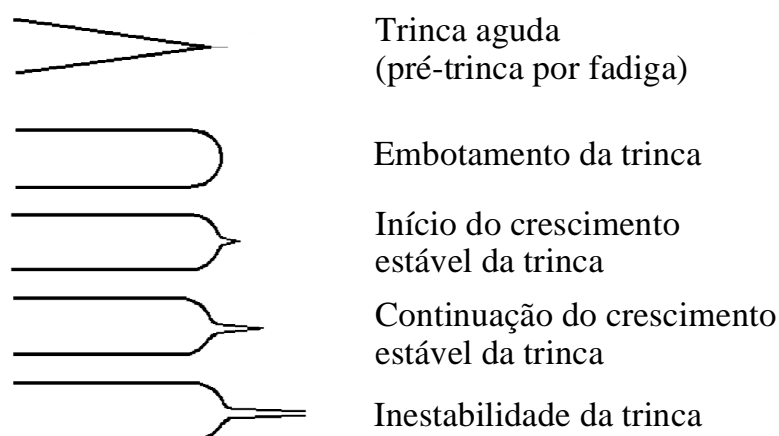


Figura 1.2 - Processos de embotamento e crescimento de trincas.

Nesses casos, o processo começa com a trinca aguda que vai adquirindo uma forma arredondada, à medida que a carga aumenta (*blunting*). Se a carga continua aumentando, abre-se uma nova ponta aguda e a trinca cresce de forma estável. Por último, em alguns casos, a trinca pode desestabilizar-se tanto por mecanismo frágil como por mecanismo dúctil. A Figura 1.2 mostra esquematicamente este processo.

1.3.1 O Critério CTOD

Ao observar atentamente o perfil da ponta da trinca, pode-se notar que ela experimenta abertura e crescimento aparentes, como consequência do

embotamento de sua ponta aguda, decorrente da deformação plástica ao seu redor. Esta abertura da ponta da trinca pode ser considerada como um parâmetro de fratura, segundo o qual o crescimento da trinca ocorre uma vez que se atinge um valor característico, que pode ser o **CTOD** crítico, δ_c , para a fratura frágil, ou o δ_i para o início de crescimento estável (Perez Ipiña (2004), Anderson (1995) e Chapetti (2005)).

1.3.2 O Critério da Integral J

Outro parâmetro elasto-plástico, amplamente utilizado, é a integral **J** definida por Rice (1968) como a integral de linha da Figura 1.3, que é independente do caminho de integração escolhido. No seu basamento matemático, considera-se o comportamento do material elasto-plástico como elástico não linear e utiliza-se a teoria de deformação plástica total na condição de que não ocorra descarregamento.

$$J = \int_{\Gamma} \left(W dy - \vec{T} \frac{\partial \vec{u}}{\partial x} ds \right), \quad (1.3)$$

onde:

Γ é qualquer caminho de integração que está definido no sentido anti-horário, da borda inferior à borda superior da trinca;

\vec{T} é o vetor de tração: $\mathbf{T}_i = \sigma_{ij} \mathbf{n}_j$;

\mathbf{n}_j é o vetor normal a curva Γ ;

\vec{u} é o vetor de deslocamento;

ds é o elemento de arco de Γ ;

$W = W(x,y) = \int_0^{\epsilon_{ij}} \sigma_{ij} d\epsilon_{ij}$: é a densidade de energia de deformação (Figura 1.4)

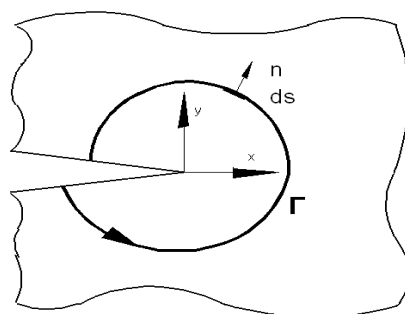


Figura 1.3 - Convenções para J.

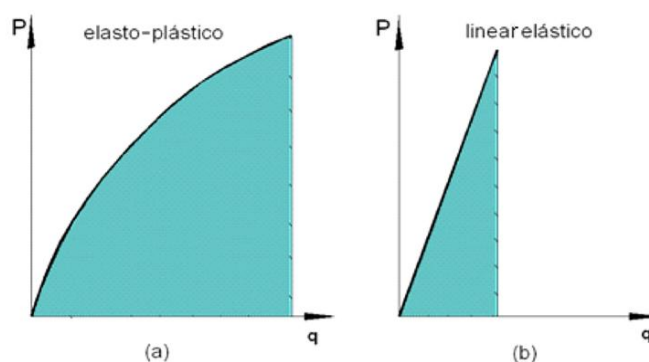


Figura 1.4 - Densidade de energia de deformação.

A integral da eq. (1.3) pode ser avaliada para qualquer geometria e condição de carregamento. Rice (1968) também mostrou que a integral J pode ser interpretada, em termos energéticos, como a taxa de liberação de energia por unidade de comprimento de trinca em um comportamento elástico não linear, como mostra a eq. (1.4).

$$J = -\frac{1}{B} \frac{dU_P}{da}, \quad (1.4)$$

onde:

U_P é a energia potencial elástica, ou o trabalho realizado, sobre o corpo e B é a espessura do corpo.

A Figura 1.5 mostra a variação do trabalho realizado em um corpo de prova para um comprimento de trinca a e para quando a trinca tem um comprimento $a+da$.

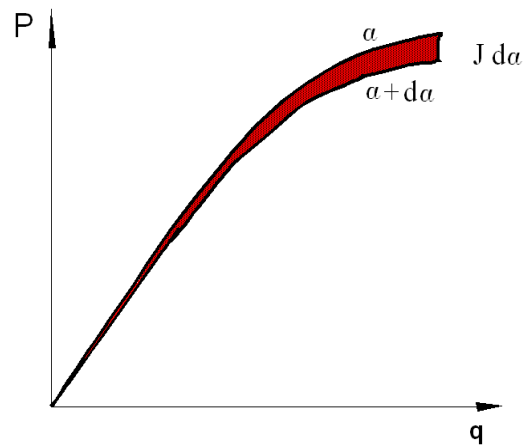


Figura 1.5 - Diferença de trabalho realizado em corpos de prova com comprimentos de trinca levemente diferentes.

De acordo com esta definição, \mathbf{J} é uma generalização da força motriz \mathbf{G} da mecânica da fratura linear elástica. Assim, para o caso particular de comportamento linear elástico $\mathbf{J} = \mathbf{G}$, segue-se que:

$$J = \frac{K^2}{E'} \quad (1.5)$$

onde:

$E' = E$ para estado plano de tensão ou $E' = E / (1-\nu^2)$ para estado plano de deformação.

Begley e Landes (1972) propuseram o parâmetro J_{IC} como critério de fratura elasto-plástico. É o mesmo valor de \mathbf{J} , correspondente ao começo de crescimento estável de trinca, em um material elasto-plástico e sob condição de estado plano de deformação. Portanto, haverá crescimento de trinca se:

$$J_I \geq J_{IC} \quad (1.6)$$

1.3.3 A Curva de Resistência J-R

Dados experimentais mostram que trincas em materiais tenazes, submetidos

a um carregamento estático, podem sofrer um processo de crescimento estável, sem atingir condições de instabilidade. A Figura 1.6 representa esquematicamente uma curva de resistência ao crescimento de trincas, ou **Curva R**. Pode-se observar que, ao carregar um corpo de prova com uma pré-trinca por fadiga, a trinca começa a embotar, experimentando um crescimento aparente, por conta disto. Quando atinge o valor de J_{IC} , inicia-se o crescimento estável da trinca, que continua a crescer com o aumento do carregamento e para, se o mesmo é interrompido.

O conceito de curva de resistência fornece um quadro geral para compreensão da relação entre os efeitos de geometria e o comportamento do material. Este conceito deve ser entendido da seguinte forma: “considerando um corpo submetido a uma força impulsora para o crescimento da trinca, caracterizada por exemplo pela integral J , a **Curva R** representa o limite das condições de equilíbrio onde a trinca permanece estável se a carga é interrompida, pelo equilíbrio entre a força impulsora e a resistência do material ao crescimento da trinca. Existirá crescimento instável de trinca se o carregamento aumenta em maior proporção que a resistência ao crescimento de trinca.”

Para maiores detalhes de mecânica da fratura, consultar livros de texto, por exemplo: Anderson (1995), Perez Ipiña (2004), e Chapetti (2005).

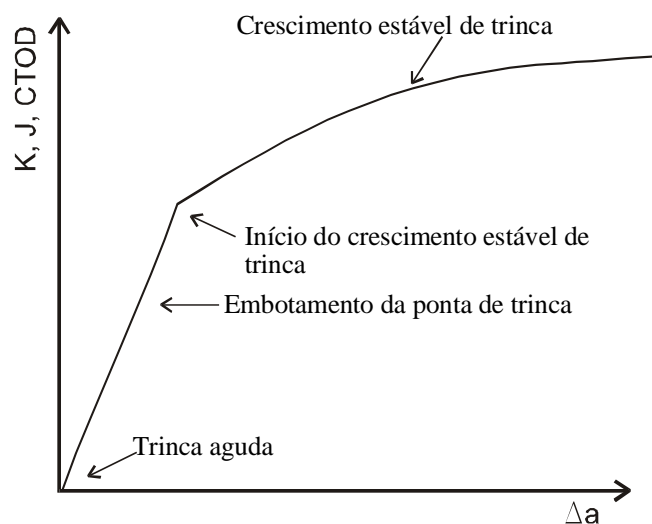


Figura 1.6 - Curva de resistência J-R.

1.4 TENACIDADE À FRATURA NA REGIÃO DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL

Os metais que possuem uma estrutura cristalina cúbica de corpo centrado

(ccc ou *body-centered cubic (bcc)*) exibem uma transição no modo de fratura: por clivagem a temperaturas baixas, por rasgamento dúctil a maiores temperaturas, e misto, na região de transição propriamente dita (Figura 1.7). Este comportamento é típico de aços estruturais ferríticos, mas existe também em outras ligas metálicas e em polímeros e cerâmicos.

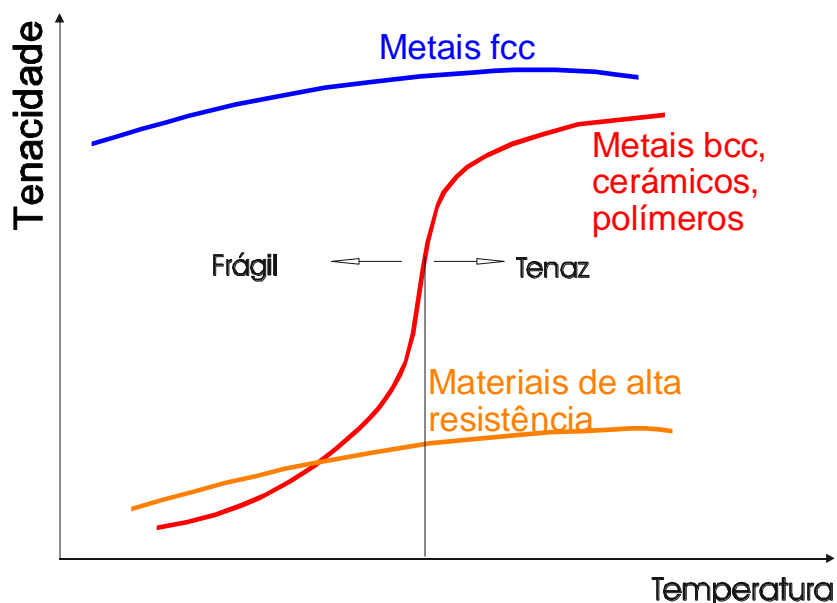


Figura 1.7 - Variação no comportamento da fratura com a temperatura

Na Figura 1.7, é possível notar que os aços ferríticos (liga de estrutura bcc), os polímeros e os materiais cerâmicos, apresentam modos distintos de falha em função da temperatura. Em temperaturas elevadas, o modo de falha é rasgamento dúctil ou colapso plástico (comportamento tenaz), enquanto que em baixas temperaturas, falham por clivagem (comportamento frágil). Existe uma zona intermediária de temperatura, onde certos metais apresentam um modo de falha intermediário, mistura dos anteriores. Esta região denomina-se região de transição dúctil-frágil e é normalmente representada por uma curva de tenacidade ao impacto, em função da temperatura.

Na transição, o ensaio de tenacidade à fratura de um corpo de prova com uma trinca mostrará tipicamente um registro não linear de carregamento vs. deslocamento devido à plasticidade e, talvez, algum crescimento estável de trinca, interrompido pela ocorrência de uma súbita falha por clivagem (Figura 1.8). A área sob a curva de carregamento vs. deslocamento pode ser avaliada através do parâmetro elasto-plástico J_C ou J na clivagem.

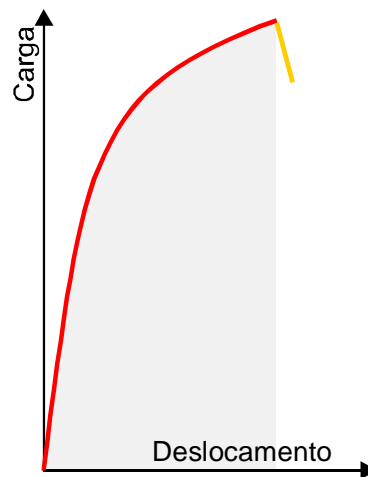


Figura 1.8 - Respostas P vs. V a temperaturas distintas

O fenômeno da transição dúctil-frágil está diretamente relacionado com a elevação do limite de elasticidade e com a redução da temperatura que muitos materiais sofrem (Figura 1.9). Em baixas temperaturas, com altos limites de escoamento, nas regiões próximas à ponta da trinca, são atingidas tensões trativas suficientes para iniciar o processo de fratura frágil. No entanto, em altas temperaturas, não se atingem tensões suficientemente altas, para iniciar o fenômeno de clivagem, e o material se encontra na região de comportamento dúctil, ou no patamar superior (*upper shelf*). Na transição propriamente dita, requer-se uma deformação plástica significativa na ponta da trinca para a clivagem. A deformação plástica será maior na parte superior da transição, por ter menor limite de escoamento que na parte inferior. Isso exigirá um maior endurecimento por deformação plástica, que pode ser acompanhado ou não de crescimento estável de trinca.

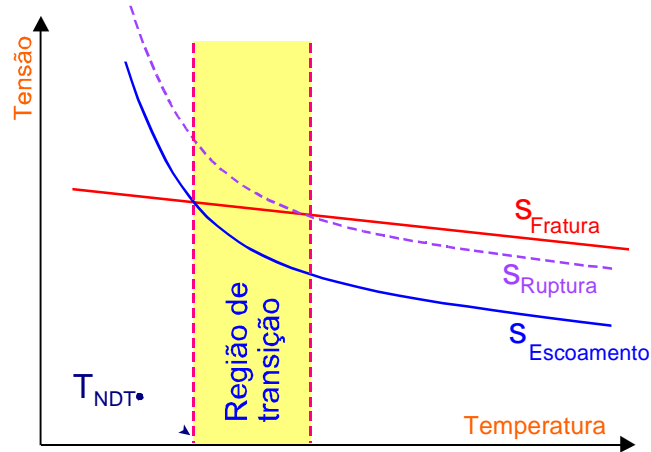


Figura 1.9 - Correlação entre os mecanismos dúctil e frágil

A região de transição é problemática, devido à competição entre os dois mecanismos acima mencionados. Entre outras coisas, há grande dispersão, podendo ocorrer crescimento estável de trinca, antes da fratura por clivagem, e talvez não aconteça a fratura frágil em alguns corpos de prova, existem efeitos de tamanho, etc. (Landes e Shaffer 1980).

A Figura 1.10 mostra a curva de transição onde se observam os modos de falha que ocorrem nas distintas regiões, assim como os diferentes parâmetros da mecânica da fratura que devem ser empregados, dependendo da temperatura (Perez Ipiña, Yawny 2005).

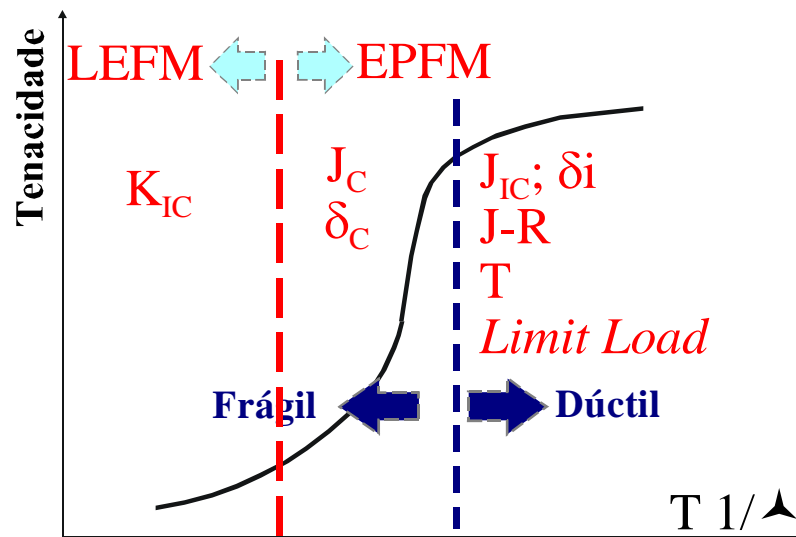


Figura 1.10 - A transição de acordo com a Mecânica da Fratura

Além da variação da tenacidade com a temperatura, na transição também há

uma dispersão muito importante nos valores de tenacidade para a mesma temperatura (Figura 1.11) e um efeito de tamanho, como se mostra na Figura 1.12 (Landes e Shaffer 1980).

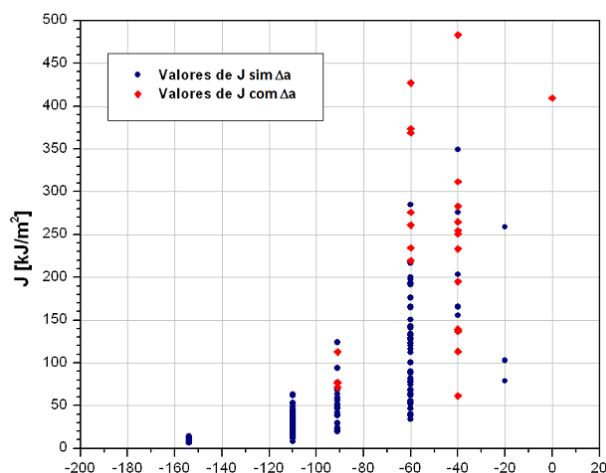


Figura 1.11 - Dispersão de resultados de tenacidade à fratura.

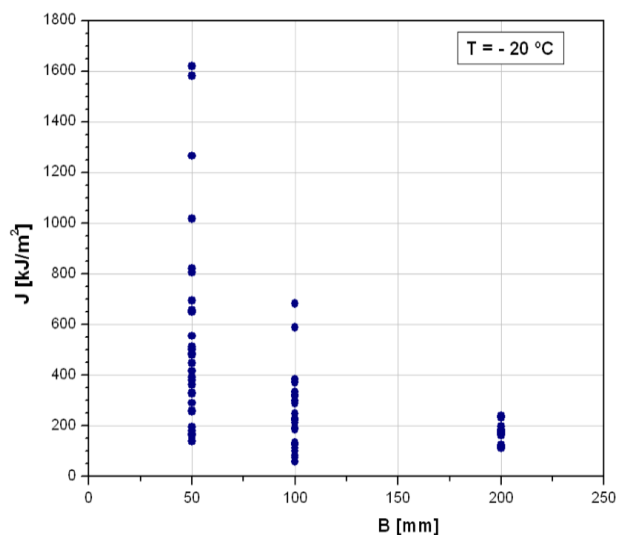


Figura 1.12 - Efeito de tamanho na transição.

Esses efeitos manifestam-se pela redução da tenacidade média e dispersão de corpos de prova grandes, quando comparados com ensaios em corpos de prova menores. Representando a função de densidade de probabilidade de falha para duas espessuras diferentes, obtém-se um gráfico, como mostrado na Figura 1.13.

Para explicar essa variação de tenacidade média e a dispersão de resultados de corpos de prova de espessuras diferentes, originalmente surgiram duas teorias: uma baseada na diferença de restrição à deformação plástica entre corpos de prova de diferentes espessuras e outra, baseada na probabilidade de que, na frente da

trinca, se encontre um local de iniciação de clivagem.

1.4.1 Teoria da Diferença de Restrição à Deformação Plástica (Diferença de Restrição)

A teoria baseia-se em que corpos de prova de maior espessura têm maior restrição à deformação plástica, se comparados com corpos de prova de menor tamanho. Assim, o valor de tenacidade média de um conjunto de ensaios de corpos de prova de espessuras grandes será menor que a média de uma amostra de corpos de prova menores (Dawes, 1979). Esta teoria explica a diferença de dispersão entre as amostras de corpos de prova de diferentes espessuras.

1.4.2 Teoria Estatística

Segundo esta teoria, a fratura frágil é um evento estatístico, pois existem pequenas zonas de baixa tenacidade na frente da trinca, elos fracos ou *weak links* (possíveis locais iniciadores de clivagem), distribuídos aleatoriamente. A fratura por clivagem é um processo de fratura local, controlado por tensões críticas, que acontece quando um desses *weak links* atingir a tensão crítica. As tensões na ponta da trinca possuem um pico característico, que se amplia quando se aumenta o carregamento. O carregamento crítico de fratura dependerá, assim, da localização do *weak link* no volume de material na frente da trinca e da tensão crítica de cada *weak link* (Landes e Shaffer, 1980).

Além da dispersão que ocorre nesta área, o modelo de *weakest link*, ou elo mais fraco, também explica o efeito de tamanho de corpo de prova, uma vez que o aumento do comprimento da frente da trinca aumenta o volume de material altamente tensionado na ponta da trinca, aumentando também a probabilidade de a trinca encontrar um elo fraco (*weak link*).

1.5 TRATAMENTO ESTATÍSTICO DOS DADOS EXPERIMENTAIS

Para avaliar a tenacidade à fratura de aços ferríticos na região de transição

dúctil-frágil, muitas vezes são utilizados ensaios de J_C , já que os valores de K_C para as dimensões dos corpos de prova utilizados são frequentemente inválidos, por não atingirem condições de plasticidade em pequena escala. Como as avaliações da mecânica da fratura são realizadas com parâmetros lineares elásticos, uma vez obtidos os valores de J_C , devem ser transformados em seus valores equivalentes, em termos de K_{Jc} .

Para descrever o comportamento da dispersão dos valores de tenacidade à fratura na região de transição, o usual é empregar a função de Weibull de três parâmetros (**3P-W**). A função de Weibull pode ser expressa, para uma variável x , pela eq. (1.7),

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{x-x_{\min}}{x_0-x_{\min}}\right)^{b_x}}, \quad (1.7)$$

onde:

P = é a probabilidade acumulada;

x = variável medida (valores de tenacidade à fratura J ou K para este caso);

b_x = é o parâmetro de forma da função de Weibull (também chamado de inclinação de Weibull);

x_0 = é o parâmetro de escala da função de Weibull;

x_{\min} = é o parâmetro de limite da função de Weibull.

Diferentes modelos, baseados na estatística de Weibull, propostos na literatura, pretendem descrever o comportamento da tenacidade à fratura na região de transição dúctil-frágil. A seguir, faz-se uma revisão simplificada de alguns desses modelos.

1.5.1 Proposta de Landes e Shaffer

Landes e Shaffer (1980) apresentaram um trabalho onde comprovaram como é exequível aproximar uma função de Weibull de dois parâmetros a valores de tenacidade à fratura em termos de J (**2P-W(J)**), com o objetivo de descrever a dispersão dos valores na região de transição.

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{J}{J_0}\right)^{bJ}}, \quad (1.8)$$

onde:

P = probabilidade acumulada de falha;

J = tenacidade à fratura do material;

b_J = parâmetro de forma;

J₀ = parâmetro de escala (**J₀ = J**, quando **P = 0,632**).

Para levar em consideração a diferença de tenacidade à fratura entre um corpo de prova grande e um pequeno, foi proposto utilizar a eq. (1.9), onde **N** é a relação de tamanhos.

$$P = 1 - e^{-N\left(\frac{J}{J_0}\right)^{bJ}} \quad (1.9)$$

1.5.2 Proposta de Landes e McCabe

Posteriormente, Landes e McCabe (1982) incluíram um efeito de tamanho dos corpos de prova com diferentes espessuras, introduzindo um valor limite como terceiro parâmetro e propondo utilizar uma função de Weibull de três parâmetros em **J (3P-W(J))**. Essa mudança de uma **2P-W** por uma **3P-W** foi justificada porque, na função originalmente proposta, **2P-W**, o valor da média tende a zero quando a espessura do corpo de prova aumenta gradualmente. O parâmetro limite representa um valor mínimo de tenacidade em uma população de **J_c**.

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{J-J_{min}}{J_0-J_{min}}\right)^{bJ}} \quad (1.10)$$

A Figura 1.13 expõe as densidades de probabilidades correspondentes a funções **3P-W(J)** com uma relação de tamanhos **N**. Nota-se que a tenacidade média de corpos de prova de grande espessura é menor do que a tenacidade média de

corpos de prova menores.

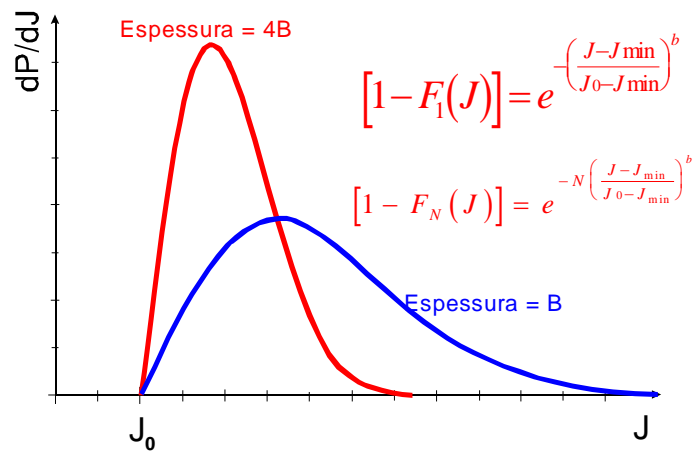


Figura 1.13 - Densidade de probabilidade em 3P-W.

1.5.3 Proposta de Wallin

Em seguida, Kim Wallin (1984) propôs descrever a dispersão da tenacidade à fratura com uma função **2P-W**, em termos do fator de intensidade de tensões **K** (**2PW(K)**).

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K}{K_0}\right)^{bK}} \quad (1.11)$$

Com certas suposições e simplificações, Wallin propôs uma função **2P-W(K)** com inclinação “teórica” fixa e igual a 4, resultando,

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K}{K_0}\right)^4} \quad (1.12)$$

No mesmo trabalho, Wallin argumenta que é fisicamente razoável a existência de um valor limite, K_{\min} . Portanto, a função se transforma em uma **3P-W(K)**, e ele propõe,

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^4} \quad (1.13)$$

O mesmo Wallin (1993) reconheceu, mais tarde, que introduzir o valor de parâmetro limite K_{min} na eq. (1.13) é problemático, e que, à primeira vista, seria natural escrever a equação como:

$$P = 1 - e^{-Cts(K^4 - K_{min}^4)} \quad (1.14)$$

No entanto, ele disse que esta equação não descreve corretamente o comportamento dos valores de tenacidade à fratura. Mas a eq. (1.14) aproxima-se bem da dispersão dos resultados de tenacidade. Wallin afirma que, ao utilizar a **3P-W(K)**, se verifica um erro na inclinação, mas, se esse erro for corrigido, a inclinação em **3P-W(K)** continuaria sendo 4, (eq. (1.14)).

No mesmo trabalho, Wallin propôs que o valor do parâmetro limite seria $K_{min} = 20 \text{ MPa m}^{1/2}$.

As propostas de Wallin foram adotadas pela Norma ASTM E1921 (2002).

1.6 A MASTER CURVE DA NORMA ASTM E1921

Wallin (1992) propôs também uma curva universal de transição de K_{JCmed} em função da temperatura, chamada de *master curve*. O conceito é uma continuação do empregado pela ASME e foi adotado pela ASTM para a norma E1921: “Método de ensaio normalizado para a determinação da temperatura de referência, T_0 , para aços ferríticos na zona de transição” (ASTM 2002). A *master curve*, quando aplicada a valores médios de K_{JC} , é expressada como (Figura 1.14):

$$K_{Jc(Mna)} = 30 + 70e^{0.019(T-T_0)}, \quad (1.15)$$

onde:

T = temperatura de ensaio [°C];

T_0 = temperatura de referência [°C].

A posição da curva no eixo das abscissas é estabelecida através da determinação da temperatura de referência, T_0 . Essa temperatura é definida como aquela cujo valor médio $K_{JC} = 100 \text{ MPa.m}^{1/2}$, sendo esta definição baseada exclusivamente em dados obtidos nos ensaios de mecânica da fratura, incorporando

a dispersão da tenacidade e o efeito de tamanho sobre a transição dúctil-frágil.

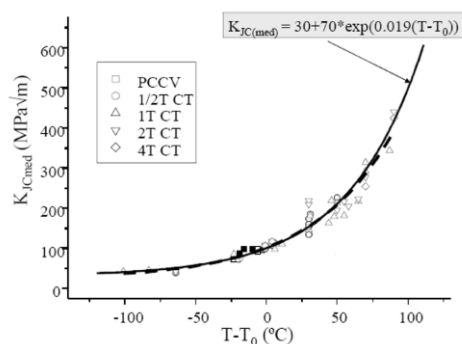


Figura 1.14 - A *master curve* da ASTM (Wallin, 1992)

A *master curve* considera que a dispersão dos valores de tenacidade a uma dada temperatura está apresentada por uma função de Weibull de três parâmetros (**3P-W(K)**) com os parâmetros fixos, propostos por Wallin: inclinação fixa $b = 4$ e parâmetro limite $K_{\min} = 20 \text{ MPa m}^{1/2}$.

1.7 TEMAS ABERTOS NA TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL

Existem várias questões ainda em aberto, na transição dúctil-frágil, quase todas elas estão relacionadas com a confiabilidade da determinação de propriedades mecânicas em laboratório, para prever o comportamento de um componente em serviço. Citam-se os efeitos de crescimento estável de trinca e a perda de restrição às deformações (*constraint*), muito importantes no terço superior da transição, a determinação de limiares de tenacidade, a validação de uma expressão que descreva a tenacidade (média ou limite) dentro das temperaturas da região, o número mínimo de testes necessários para que as amostras ensaiadas representem uma população de variação de tenacidade a uma dada temperatura e também para um dado tamanho, etc. (Perez Ipiña 2007).

Em contraste com a falta de compreensão completa dos aspectos descritos acima, há urgência em se obterem respostas já que muitos componentes – principalmente vasos de pressão – podem trabalhar em algum momento na faixa de transição. Por esse motivo a maioria dos estudos experimentais da transição têm se concentrado em aços para tais aplicações, existindo menor conhecimento do

fenômeno em outros materiais que também passem pela faixa de transição.

A brecha aberta entre rigor e aplicabilidade deve ser reduzida, através de programas experimentais de cooperação interlaboratórios, chamados de *round robin*, devido principalmente aos altos custos para levar adiante essas investigações, em função da natureza aleatória dos seus resultados. Os programas mais importantes, nos últimos anos, foram realizados no Japão (Iwadate e Yokobori, 1994) e na Europa, por iniciativa da ESIS, coordenado por H. Heerens do GKSS da Alemanha (Heerens e Hellman, 2002). Neste último caso, foi o programa de testes abrangendo 7 temperaturas diferentes, desde -154°C até a temperatura ambiente, e 4 tamanhos diferentes, desde espessuras de 12.5mm até 100mm, tendo sido realizados mais de 600 ensaios no total.

De acordo com alguns autores (Heerens e Hellman, 2002) (Heerens *et al.*, 2002), os resultados deste *round robin* mostram que a previsão de temperatura T_0 da *master curve* seria aceitável para a maioria dos conjuntos de dados obtidos, mas não para as temperaturas mais baixas.

1.8 OBJETIVOS DA TESE

O objetivo desta tese é apresentar uma contribuição nos modelos de dispersão da tenacidade de materiais, na região de transição dúctil-frágil e também propor, regiões bem definidas na curva de transição, na qual coexistem diferentes mecanismos de falha.

Para tal fim, será realizada uma análise das equivalências entre as funções de Weibull de três parâmetros, expressadas em termos de J_C ou de K_{J_C} , que descrevem a dispersão da tenacidade dos materiais, na região de transição dúctil-frágil. Também será estudada a coexistência de diferentes mecanismos com o intuito de propor regiões bem definidas na curva de transição e a validade do modelo *weakest link*, principalmente a temperaturas próximas ao *upper shelf* e para diferentes tamanhos de corpos de prova. Os modelos propostos serão validados com dados experimentais, obtidos de ensaios de aços ferríticos e de polímeros termoplásticos, modificados com borracha. Para os materiais poliméricos será pesquisada a ocorrência de diferentes mecanismos, nas mesmas condições de teste.

2 A FUNÇÃO DE WEIBULL

2.1 INTRODUÇÃO

Walloodi Weibull (1887-1979), sueco, cientista e engenheiro. Contribuiu com a ciência desenvolvendo teorias referentes à resistência de materiais, fratura, fadiga, estatística, confiabilidade de componentes, etc.

No ano de 1951, publicou um trabalho intitulado *A Statistical Distribution Function of Wide Applicability* (Weibull, 1951), apresentando uma função de distribuição de probabilidade com aplicações em problemas de engenharia. Esse trabalho também mostrava diferentes exemplos, aplicando a função. Com o passar do tempo, em reconhecimento à sua contribuição, a função levara seu nome, a função de distribuição de Weibull.

A função originalmente apresentada por Weibull teria a seguinte forma.

$$F(x) = 1 - e^{-(x)} = 1 - e^{-\left[\frac{x-x_u}{x_0}\right]^m}, \quad (2.16)$$

onde:

F(x) expressa a probabilidade acumulada de que um indivíduo tenha uma propriedade $x \leq x_u$;

$\phi(x)$ é uma função da propriedade **x**;

m é o parâmetro de forma da função de Weibull (ou também comumente chamado de inclinação da função);

x_u é o parâmetro de limite da função de Weibull;

x_0 é o parâmetro de escala da função de Weibull.

Essa função pode ser expressa nos termos da função de densidade de probabilidade, **f(x)** que se obtém derivando a eq. (1.1),

$$f(x) = \frac{dF}{dx} = (x) e^{-(x)} \frac{d}{dx} \quad (2.17)$$

Portanto $f(x)$ resulta em:

$$f(x) = \frac{m}{x_0} \left[\frac{x - x_u}{x_0} \right]^{m-1} e^{-\left[\frac{x - x_u}{x_0} \right]^m} \quad (2.3)$$

A função $f(x)$ expressa a maneira pela qual se distribui a densidade de probabilidade.

A Figura 2.1 indica uma $F(x)$ para valores típicos de inclinações, $m = 2$ e $m = 4$, enquanto a Figura 2.2 aponta uma $f(x)$ para os mesmos valores destes parâmetros.

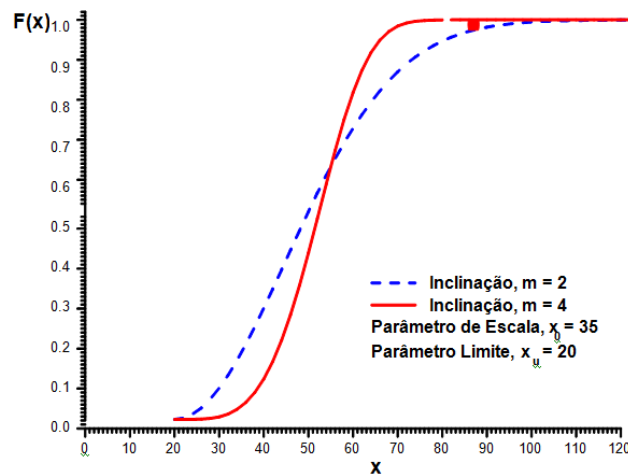


Figura 2.1 - A função de probabilidade acumulada de Weibull

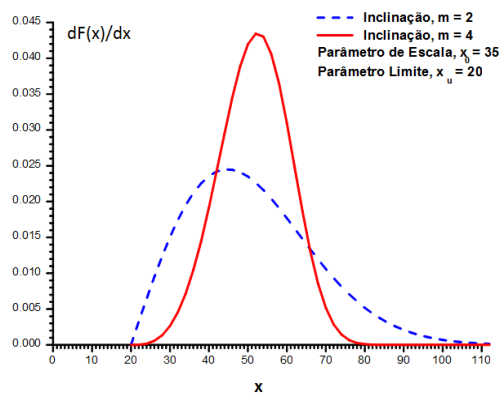


Figura 2.2 - A função de densidade de probabilidade de Weibull

Como pode ser observado na Figura 2.2, a função de Weibull está definida para valores maiores ou iguais ao valor limite.

Ao mudar a inclinação da função, esta muda de forma. Para valores próximos de 2, é uma função assimétrica à direita com limiar bem definido. Para valores de inclinação entre 3 e 4, a forma da função se aproxima à simetria em relação à média da distribuição, assemelhando-se à função Normal. Para esses casos, embora o limiar ainda exista, não é mais tão claramente visto, como acontece no caso com a inclinação de 2.

Esta função possui propriedades muito mais interessantes que serão detalhadas ao longo do capítulo, mas, antes de prosseguir com o estudo da função de Weibull, se faz necessário esclarecerem algumas questões relativas à nomenclatura.

É comum encontrar na literatura que à eq. (1.1) se dá o nome de função de Weibull de três parâmetros (**3P-W**). Também no caso particular, quando o parâmetro limite é nulo $x_u=0$, é encontrada frequentemente a denominação de função de Weibull de dois parâmetros (**2P-W**).

2.2 COMPORTAMENTO DA FUNÇÃO DE WEIBULL

As Figuras 2.3 e 2.4 mostram a função de distribuição de probabilidade acumulada de Weibull (eq. (2.17)) e a função de densidade de probabilidade (eq. (2.)) para diferentes valores de inclinação m , com os valores de parâmetro limite x_u e de escala x_0 constantes. Nelas, observa-se a grande variedade de configurações que a função de Weibull assume.

Para um valor de inclinação $m = 2$ tem-se uma função assimétrica à direita, ao passo que para um valor de inclinação entre $m = 3$ e $m = 4$, a função é aproximadamente simétrica. Para valores de inclinação superiores a 4, a função tende, porém a ser assimétrica à esquerda.

Um caso particular é a inclinação $m = 1$, onde a função de Weibull se transforma na função exponencial.

Ao observar as figuras, nota-se também que a dispersão diminui, ao aumentar o valor da inclinação, e que o valor máximo da função densidade se desloca para a direita.

Outra característica visível nas funções de densidade de probabilidade de Weibull é a inclinação ou a tangente que a função possui, mais precisamente no

ponto inicial da função, em $x=x_u$. Nota-se que, para $m=0.5$, a inclinação no ponto tende a ser infinita, para $m=1$, a inclinação no ponto limite é finita e negativa, para $m=2$ é finita e positiva, e, para valores de m maiores ou iguais a 3, tem-se uma inclinação inicial praticamente nula.

Um ponto particular da Figura 2.3 é o local onde se interceptam as funções de distribuição acumuladas, o valor no eixo das abscissas corresponde ao valor do parâmetro de escala x_0 e nas ordenadas $F(x_0)=0,632$. Isto significa que, para qualquer valor de inclinação m , o ponto de probabilidade acumulada permanece constante.

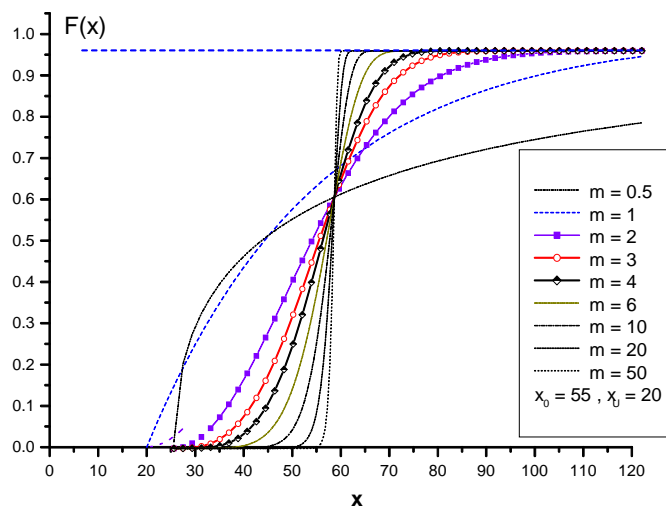


Figura 2.3 - Probabilidade acumulada em função da inclinação.

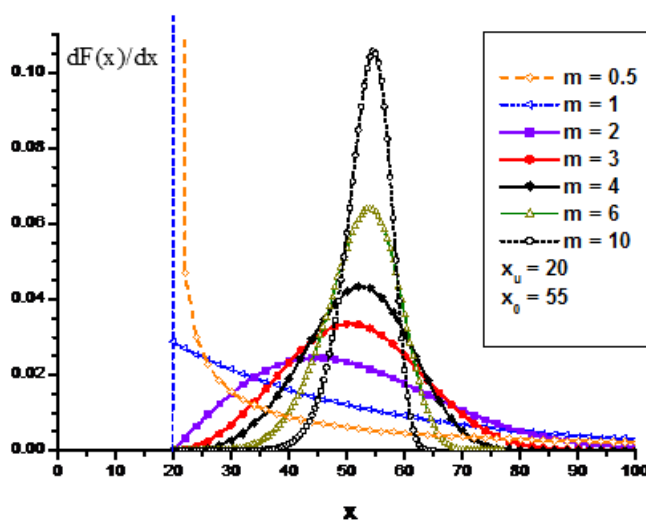


Figura 2.4 - Densidade de probabilidade em função da inclinação.

2.3 ESTIMATIVA DOS PARÂMETROS DE WEIBULL A PARTIR DE DADOS EXPERIMENTAIS

Quando se tem uma distribuição de dados experimentais, eles estão distribuídos na forma de uma variável discreta. Ou seja, quando se realiza um estudo estatístico, em geral se adota uma amostra finita de indivíduos dentro de uma população. Esta amostra deve representar o comportamento da população da melhor maneira possível.

O procedimento consiste em realizar uma amostragem aleatória da população e, a partir dessa amostra, construir um modelo estatístico da distribuição que a população pode apresentar. Ou seja, realizar uma dedução consistente, para estimar os parâmetros da função, e, então, poder trabalhar com um modelo matemático contínuo que representa o comportamento da população.

Para estimar os parâmetros de uma função de Weibull, existem os mais diversos métodos, sendo os mais comumente empregados o da máxima probabilidade e o da regressão linear, que são descritos abaixo.

2.3.1 Método da Máxima Probabilidade

Este é um método preciso de avaliação de parâmetros que consiste em encontrar as estimativas dos parâmetros, de tal forma que maximizem a função de probabilidade da amostra ou função de transferência. Isso requer conhecer a distribuição da variável da população que, para o caso em estudo, é uma **3P-W**. O procedimento consiste em obter a função de transferência da amostra.

$$L(\theta) = f(x_1, \theta) \cdot f(x_2, \theta) \cdot \dots \cdot f(x_n, \theta) = \prod_{i=1}^n f(x_i, \theta) \quad (2.4)$$

onde:

x_1, x_2, \dots, x_n são valores observados em uma amostra aleatória de tamanho n ;
 θ é um parâmetro a determinar.

Nota-se que a eq. (2. está em função no parâmetro θ , então o valor da

estimativa θ é aquele que maximiza a função de transferência $L(\theta)$.

$$L(\theta) = f(x_i, \theta) \quad (2.5)$$

O passo seguinte é aplicar o logaritmo neperiano na função de transferência a fim de simplificar a derivada, e, então, maximizar a eq (2.).

$$\frac{\partial \ln L(\theta)}{\partial \theta} = 0 \quad (2.6)$$

Resolvendo a eq. (2. é obtido o valor de θ que verifica a igualdade acima, e, portanto, se obtém o valor da estimativa procurado.

2.3.2 Método da Regressão Linear

Supondo a função de Weibull definida por,

$$P = 1 - e^{-\left[\frac{x-x_u}{x_0-x_u}\right]^m}, \quad (2.7)$$

aplica-se o logaritmo natural duas vezes, em ambos os lados da igualdade da eq. (2..

$$\ln \ln \left[\frac{1}{1-P} \right] = m \ln(x - x_u) - m \ln(x_0 - x_u) \quad (2.8)$$

Considerando a seguinte troca de variáveis,

$$\begin{aligned} y &= \ln \ln \left[\frac{1}{1-P} \right] \\ A &= m \\ B &= -m \ln(x_0 - x_u) \\ \xi &= \ln(x - x_u) \end{aligned} \quad (2.9)$$

E substituindo na eq. (2., se obtém a equação linear:

$$y = A\xi + B \quad (2.10)$$

Ao representar a função de Weibull nas escalas mencionadas, se obtém uma reta. Ou seja, se os dados experimentais estão disponíveis e estes podem ser descritos pela estatística Weibull, os valores dos parâmetros são então obtidos a partir de uma regressão linear dos mesmos. A partir dessa reta, é possível obter a inclinação **A=m** e na ordenada o parâmetro **B**.

Utilizando a eq. (2. encontra-se a inclinação **m** de forma direta e o valor da diferença **x₀-x_u** dado por:

$$x_0 - x_u = e^{-\frac{B}{A}} \quad (2.11)$$

A Figura 2.5 mostra a eq. (2. para diferentes valores da inclinação **m**, mantendo constantes os valores do parâmetro de escala **x₀**, assim como o parâmetro de limite **x_u**.

Nos chamados gráficos de Weibull (Plait, 1962), representam-se os valores da diferença **x-x_u** no eixo das abscissas em escala logarítmica, e, no eixo das ordenadas, os valores de probabilidade acumulada, **P**.

A Figura 2. mostra a função acumulada de Weibull para diferentes valores do parâmetro de escala **x₀**, mantidos constantes os valores da inclinação **m** e o limite **x_u**. Nota-se que, para valores de **x₀** maiores, as retas são deslocadas para a direita.

A Figura 2. apresenta a **3P-W** em função do parâmetro de limite **x_u** e o parâmetro de escala **x₀**, de modo a manter constante a diferença **x₀-x_u**, e para um valor de **m=2**. É de se observar que todas as retas se sobrepõem.

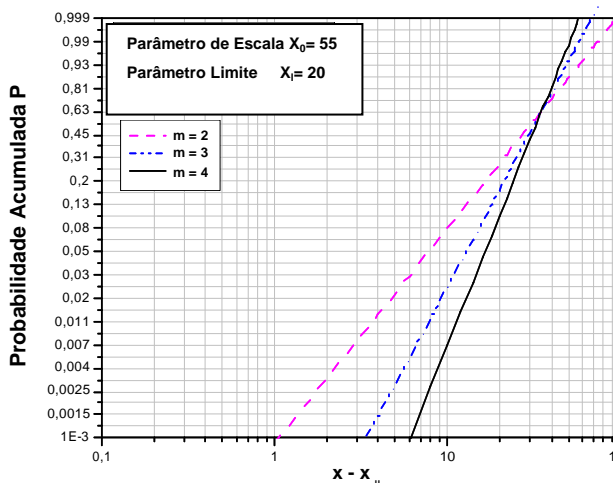


Figura 2.5 - Gráfico de Weibull em função de m .
 $x_0=55$; $x_u=20$.

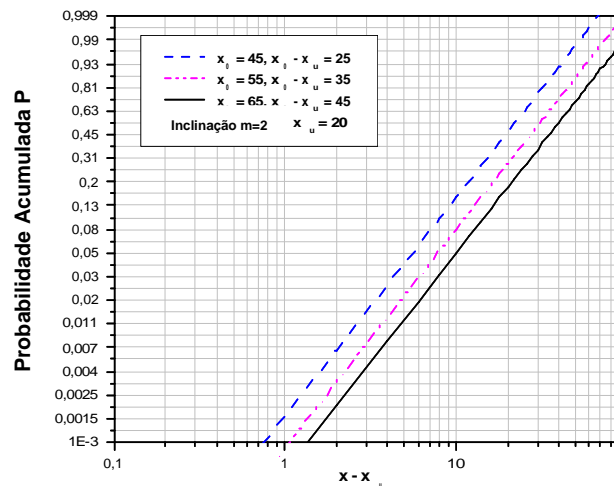


Figura 2.6 - Gráfico de Weibull em função de x_0 .
 $m=2$; $x_u=20$

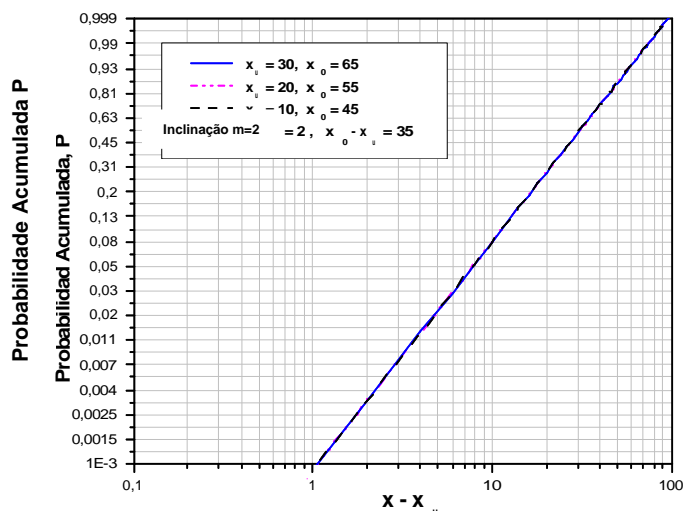


Figura 2.7 - Gráfico de Weibull em função de x_u . $x_0-x_u=35$, $m=2$.

2.3.2.1 Obtenção dos parâmetros

Para aplicar o método de regressão linear, fixam-se inicialmente os dados na variável x , que, em geral, provêm de uma amostra aleatória. Deve-se então tabular os dados de x em ordem crescente. Sucessivamente lhes é designado um número de série $i=1, 2, 3 \dots, N$, onde N é o número total de valores de x , disponíveis para o cálculo. Feito isto, o passo seguinte é o cálculo – ou estimativa- da probabilidade acumulada $P(x_i)$ para cada valor de x da amostra.

Para o cálculo da probabilidade existem várias estimativas e algumas das mais frequentemente utilizadas são:

$$\begin{aligned}
 P(x_i) &= \frac{i - 0,5}{N} \\
 P(x_i) &= \frac{i - \frac{3}{8}}{N + \frac{1}{4}} \\
 P(x_i) &= \frac{i - 0,3}{N + 0,4}
 \end{aligned}
 \tag{2.12}$$

Empregando alguma destas estimativas, obtêm-se os valores de $\mathbf{P(x_i)}$ e se desenha o gráfico,

$$\ln \ln \left[\frac{1}{1 - P(x_i)} \right] \quad vs \quad \ln(x_i - x_j),
 \tag{2.13}$$

onde $\mathbf{x_j}$ é um valor arbitrário, definido com antecedência, que se utiliza no eixo das abcissas para se representar os dados (variável independente).

Em seguida, testam-se valores diferentes para $\mathbf{x_j}$ e se esboça o gráfico. De todos os valores testados de $\mathbf{x_j}$, o valor do parâmetro limite $\mathbf{x_u=x_j}$ será aquele cujo coeficiente de determinação, $\mathbf{R_2}$, possuir o valor mais próximo de 1. Ou seja, o valor que produz a melhor linearidade no gráfico, como mostrado na Figura 2.8.

Nesta figura, também se mostram valores para uma função $\mathbf{3P-W}$, em que foram alterados os valores de $\mathbf{x_j}$ de forma bem exagerada, para destacar a falta de linearidade. Para valores que não correspondem ao valor verdadeiro do parâmetro de limite, observa-se uma falta de linearidade.

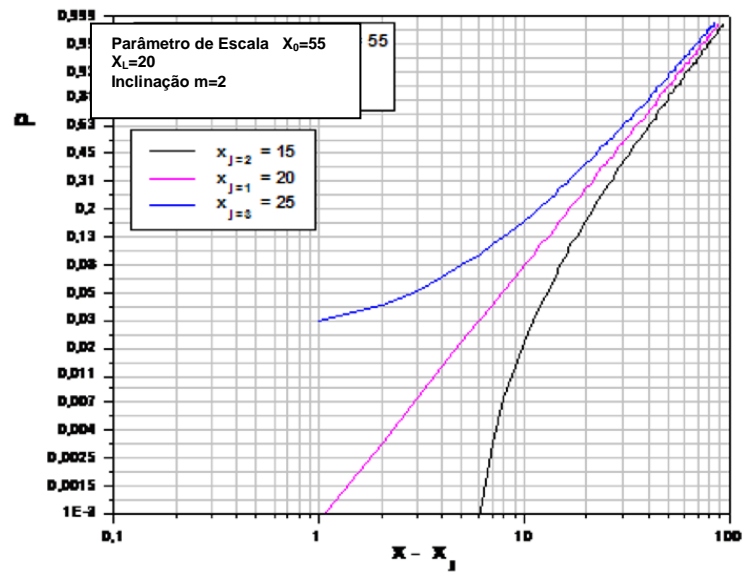


Figura 2.8 - Obtenção do parâmetro limite.

3 COMPARAÇÃO DE PARÂMETROS DE 3P-WEIBULL, BASEADOS NOS VALORES DE J_C E DE K_{Jc}

3.1 INTRODUÇÃO

Como mencionado anteriormente, a determinação experimental da tenacidade à fratura para aços ferríticos, na região de transição dúctil-frágil, é geralmente realizada por J_C , porque valores válidos de K_{Jc} são frequentemente impossíveis de obter por limitações de plasticidade em pequena escala, que devem ser satisfeitas. Além disso, esta caracterização é problemática, por causa da dispersão dos resultados dos ensaios. Para descrever adequadamente este fenômeno, têm-se proposto modelos baseados em distribuições de Weibull de dois e três parâmetros.

Landes e Shaffer (1980) recomendaram uma distribuição de Weibull de dois parâmetros, para descrever a dispersão dos valores experimentais de J_C .

$$P = 1 - e^{-N\left(\frac{J}{J_0}\right)^{b_J}} \quad (0-1)$$

Landes e McCabe (1982) sugeriram o uso de uma função de Weibull de três parâmetros, introduzindo um valor limite como o terceiro parâmetro (eq. (3.2)). A troca de uma **2P-W(J)** por uma **3P-W(J)** foi justificada porque, na proposta original – **2P-W** –, o valor médio tende a zero, quando a espessura se torna muito grande. O parâmetro limite, J_{\min} , representa um valor mínimo -*lower bound*- na população J_C :

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{J - J_{\min}}{J_0 - J_{\min}}\right)^{b_J}} \quad (0-2)$$

Wallin (1984) introduziu o uso de uma distribuição **2P-W**, em termos de K_{Jc} , no lugar de J_C :

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K}{K_0}\right)^{b_K}} \quad (0.3)$$

Wallin sugeriu, fazendo algumas considerações e simplificações, que o parâmetro de forma “teórico” para uma distribuição **2P-W(K)** é fixo e igual a 4, resultando:

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K}{K_0}\right)^4} \quad (3.4)$$

Wallin também demonstrou que a existência de um valor limite é fisicamente razoável, de modo que a distribuição por ele proposta foi uma **3P-W(K)**:

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^4} \quad (3.5)$$

Posteriormente, Wallin (1993) concluiu que a introdução de um limite K_{\min} é problemática e que parece plausível escrever uma distribuição da seguinte maneira:

$$P = 1 - e^{-Cte(K^4 - K_{\min}^4)} \quad (3.6)$$

No entanto, Wallin demonstrou que a eq. (3.5) concorda melhor com os resultados experimentais. Nos trabalhos já mencionados, Wallin também indicou um valor limite de $K_{\min}=20 \text{ MPa m}^{1/2}$.

Neville e Knott (1986), utilizando os resultados obtidos por Iwadata *et al.* (1983) de dois aços, A508 C3 e Ni-Cr-Mo-V, aproximaram uma **3P-W(J)** que proporcionou melhor aproximação dos valores experimentais que a **2P-W**, obtida por Iwadata *et al.* (1983). Perez Ipiña *et al.* (1984) empregaram uma **J (3P-W(J))**, assim como outras propostas, realizadas por outros autores, com a finalidade de obter a quantidade mínima de amostras para caracterizar a tenacidade à fratura, na região de transição dúctil-frágil. McCabe (1983) argumentou que, de acordo com a proposta de Wallin, está implícito que todas as distribuições J_c deveriam apresentar uma inclinação $m=2$.

Anderson, Stientra e Dodds (1984) introduziram uma **2P-W(J)** com inclinação $m=2$ e, invocando a relação entre K e J para plasticidade em pequena escala, estabeleceram que a inclinação correspondente em termos de K é 4. Landes *et al.*

(1994) usaram uma **2P-W(J)** com inclinação fixa igual a 2. Heerens, Zerbst e Schwalbe (1983) também empregaram uma **2P-W(J)** com inclinação fixa igual a 2.

Miglin, Oberjohn e Van Der Sluys (1984), como proposto por Wallin, usaram uma **3P-W(K)** com inclinação 4 e um limiar igual a 20 MPa m^{1/2}, para a análise dos dados de tenacidade à fratura do programa *round robin* japonês MPC/ JSPS.

Embora alguns pesquisadores tenham escolhido o uso de uma **3P-W(J)**, outros usaram uma distribuição em termos de **K**, em formas aparentemente equivalentes.

Nesta seção, será mostrado que, se os valores de **J_c** são distribuídos de acordo com a função **3P-W(J)**, os valores transformados **K_{Jc}** não seguem uma função **3P-W(K)** com os três parâmetros transformados, a partir de **J₀**, **J_{min}** e **b_J**, e vice-versa.

3.2 ANÁLISE DOS PARÂMETROS 3P-W, EM TERMOS DE J E K

Conforme mencionado, a determinação da tenacidade à fratura, nesta região, está geralmente baseada em ensaios de **J_c**, porque não é possível obter valores válidos de **K_{Jc}**, devido a requisitos dimensionais dos corpos de prova. Em contraste, as avaliações de integridade estrutural, baseadas em mecânica da fratura, são, muitas vezes, realizadas por meio do parâmetro linear elástico **K**, tornando-se necessário converter esses **J_c** em valores **K_{Jc}** equivalentes (eq. (3.7))

$$K_{Jc} = \sqrt{\frac{E J_c}{(1-\nu^2)}} \quad (3.7)$$

É possível tomar dois caminhos para realizar a transformação e obter uma descrição da dispersão, em termos dos valores **K**, para estimar parâmetros de Weibull. Pode-se partir de valores dos parâmetros em termos de **J**, convertidos em parâmetros **K_{Jc}** equivalentes (Opção 1), ou converter os valores **J_c** em **K_{Jc}** e, então, estimar os correspondentes parâmetros (Opção 2). Ambos os métodos devem ser equivalentes. Isto é, cada valor **J_c** deve ter a mesma probabilidade de falha que seu **K_{Jc}** equivalente, e os parâmetros de escala e limite, convertidos por meio da eq. (3.7), devem ser equivalentes.

3.2.1 Opção 1

Os parâmetros de Weibull são estimados a partir de valores de J_c e convertidos a seus parâmetros equivalentes K . Neste caso, assume-se que as funções **3P-W** em J e K são equivalentes, de modo que são necessárias relações, para converter os parâmetros de Weibull.

3.2.1.1 Transformações dos Parâmetros de Escala e Limite.

Partindo da suposição de que uma população descrita por uma **3P-W(J)** também está descrita por uma **3P-W(K)** equivalente, os parâmetros expressos em termos de J ou K devem ser equivalentes. Os parâmetros limite K_{\min} e J_{\min} podem ser relacionados pela eq. (3.7), tendo:

$$K_{\min} = K_{J_{\min}} = \sqrt{\frac{E J_{\min}}{(1 - \nu^2)}} \quad (3.8)$$

A eq. (3.7) também pode ser usada para relacionar os parâmetros de escala J_0 e K_0 , isto é, os valores de J_c e K_{Jc} correspondem a uma probabilidade acumulada de 0,632, resultando:

$$K_0 = K_{J_0} = \sqrt{\frac{E J_0}{(1 - \nu^2)}} \quad (3.9)$$

Portanto, se funções **3P-W** equivalentes descrevem o comportamento em termos de J e K , a relação entre os parâmetros de forma – ou inclinação de Weibull - b_J e b_K , tem de ser determinada.

3.2.1.2 Transformações de Inclinações de Weibull

3.2.1.2.1. Transformação da inclinação de Weibull de J a K Para uma Distribuição 2P-W

Como afirmaram Anderson *et al.* (1994), existe uma equivalência matemática entre uma **2P-W(J)** e uma **2P-W(K)**. Considerando $J_{\min} = 0$ na eq. (3.3), substituindo J_0 com o seu K_0 equivalente e J com K , se tem:

$$b_K = 2b_J \quad (3.10)$$

Então, a inclinação de Weibull para uma distribuição **2P-W(K)** é duas vezes a inclinação para uma **2P-W(J)** (4 e 2 respectivamente, de acordo com os valores propostos por Wallin).

A equivalência entre as distribuições em termos de K e J pode ser analisada graficamente. A Figura 0.1 e a Figura 0.3 apresentam as funções de densidade de probabilidade e probabilidade acumulada, respectivamente, para um caso onde os dados são distribuídos de acordo com uma **2P-W(J)**, com $J_0 = 6.51 \text{ kJ/m}^2$ e $b_J = 2$. A Figura 0.2 e a Figura 0.4 mostram as mesmas funções que a Figura 0.1 e a Figura 0.3, mas para a distribuição equivalente em termos de K ($K_0 = 38.8 \text{ MPa m}^{1/2}$ e $b_K = 4$).

Comparando a Figura 0.1 e a Figura 0.2, observa-se uma alteração na forma da função de densidade de probabilidade, causada pela mudança no valor da inclinação de Weibull. Ao usar K , com $b_K = 4$, a função é quase simétrica e se assemelha a uma distribuição normal, enquanto que a distribuição correspondente aos valores de J_C é inclinada para a direita.

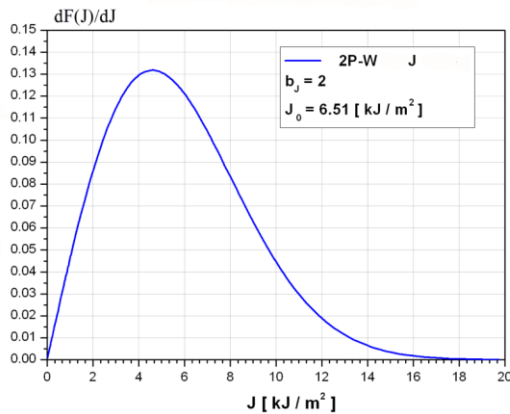


Figura 0.1 - 2P-W(J) b=2.

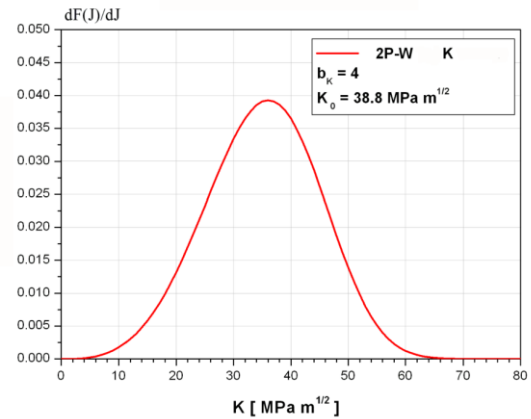


Figura 0.2 - 2P-W(J) b=4.

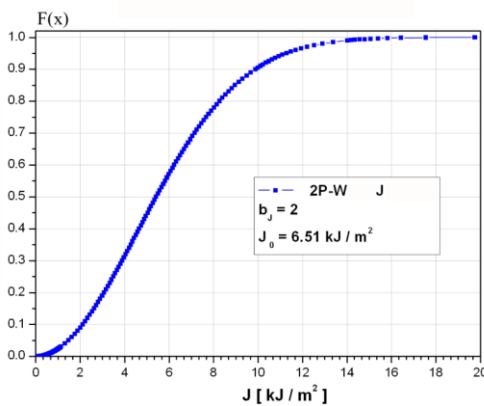


Figura 0.3 - 2P-W(J) b=2.

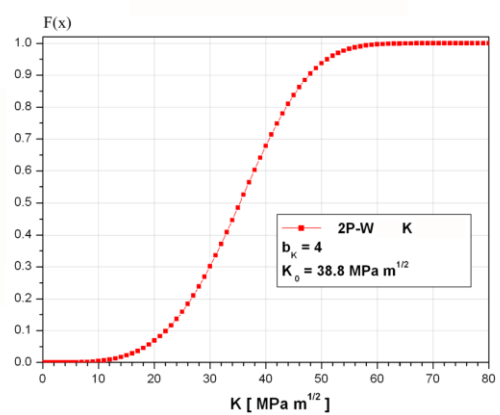


Figura 0.4 - 2P-W(J) b=4.

No entanto, esta mudança no parâmetro de forma não influencia o valor da probabilidade acumulada (Figura 0.3 e Figura 0.4). Assim, para um dado valor de J_C com uma probabilidade acumulada P , o valor transformado K_{J_C} mantém a mesma probabilidade P . Para o exemplo referido, $P = 0,9999$ corresponde a $J_C = 16 \text{ kJ/m}^2$, e seu valor equivalente $K_{J_C} (60,8 \text{ MPa m}^{1/2})$ apresenta o mesmo nível de P , verificando

a equação (3.8), isto é:

$$60,8 \text{ MPa.m}^{1/2} = \sqrt{\frac{16 \frac{\text{kJ}}{\text{m}^2} \cdot E}{1 - \nu^2}}; \text{ onde foi considerado } E = 210 \text{ GPa e } \nu = 0,3.$$

Essa relação entre inclinações de Weibull para funções **2P-W** foi generalizada para as **3P-W** (Landes *et al.*, 1994) (Iwadate *et al.*, 1983) (Cocco *et al.*, 2007), e como será demonstrado, não é correta.

3.2.1.2.2. Transformação da inclinação de Weibull de \mathbf{J} a \mathbf{K} para uma distribuição **3P-W**.

No cenário descrito, é possível obter os três parâmetros da função de Weibull para os valores de \mathbf{J}_c , e, então, a eq. (3.3) está completamente definida. Substituindo na eq. (3.3) os valores limite e de escala de \mathbf{J} por seus valores equivalentes de \mathbf{K} , dados pelas eq. (3.8) e eq. (3.9):

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K^2 - K_{J\min}^2}{K_{J_0}^2 - K_{J\min}^2}\right)^{b_J}} = 1 - e^{-\left(\frac{(K - K_{J\min})(K + K_{J\min})}{(K_{J_0} - K_{J\min})(K_{J_0} + K_{J\min})}\right)^{b_J}} \quad (3.11)$$

Como se pode observar, a eq. (3.11) não é uma distribuição **3P-W** em termos de \mathbf{K} , que deveria ser do tipo:

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^{b_K}} \quad (3.12)$$

Em geral:

$$\left(\frac{K^2 - K_{J\min}^2}{K_{J_0}^2 - K_{J\min}^2}\right)^{b_J} = \left(\frac{(K - K_{J\min})(K + K_{J\min})}{(K_{J_0} - K_{J\min})(K_{J_0} + K_{J\min})}\right)^{b_J} \neq \left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^{b_K} \quad (3.13)$$

Assim sendo, se os valores de tenacidade à fratura, em termos de \mathbf{J} , se distribuem de acordo com uma função **3P-W(J)**, os valores equivalentes \mathbf{K}_{Jc} não se distribuem exatamente de acordo com uma **3P-W(K)**, com parâmetros limite e de escala equivalentes, calculados por meio das eq. (3.8) e (3.9) respectivamente. Ao invés disso, são descritos pela função dada pela eq. (3.11)⁽¹⁾. No entanto, uma função equivalente **3P-W(K)** pode ser aproximada com os valores transformados.

⁽¹⁾ Uma análise similar foi realizada para a transformação de \mathbf{K} para \mathbf{J} e obteve-se um resultado análogo.

Manipulando a eq. (3.11):

$$\ln \ln \left[\frac{1}{1-P} \right] = b_J \ln \left[K^2 - K_{\min}^2 \right] - b_J \ln \left[K_0^2 - K_{\min}^2 \right] \quad (3.14)$$

e considerando:

$$\begin{aligned} y &= \ln \ln \left[\frac{1}{1-P} \right] \\ x &= \ln(K - K_{\min}) \end{aligned} \quad (3.15)$$

Logo, a inclinação de uma função **3P-W(K)** aproximada, para um dado valor de K_i , pode-se expressar como:

$$b_{K_{Ap}}(K_i) = \left. \frac{dy}{dx} \right|_{K_i} = \left. \frac{dy}{dK} \frac{dK}{dx} \right|_{K_i} \quad (3.16)$$

Para um valor de $P = 0,632$ ($K_i = K_0$), a expressão resultante para a inclinação $b_{K_{Ap}}$ está dada por:

$$b_{K_{Ap}} = 2b_J \frac{K_0}{K_0 + K_{\min}} \quad (3.17)$$

Com a finalidade de simplificar a eq. (3.17), é introduzida a variável ξ :

$$\xi = \frac{2K_0}{K_0 + K_{\min}} \quad (3.18)$$

Assim, a relação entre as inclinações $b_{K_{Ap}}$ e b_J pode ser reescrita como:

$$b_{K_{Ap}} = \xi b_J \quad (3.19)$$

E, então, a função **3P-W(K)** aproximada resulta:

$$P = 1 - e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^{b_{K_{Ap}}}} = 1 - e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_0 - K_{\min}}\right)^{\xi b_J}} \quad (3.20)$$

onde: K_{\min} , K_0 e ξ são dados pelas eq. (3.8), eq. (3.9) e eq. (3.18), respectivamente.

O fator ξ (eq. (3.18)) depende de K_{\min} e K_0 , e varia entre 2 e 1, como mostra a Figura 0.5. ξ assume um valor de 2, somente para uma distribuição **2P-W** onde $K_{\min}=0$.

A alternativa para obtenção dos parâmetros da distribuição **3P-W(K)**, transformando os correspondentes parâmetros de **J**, por meio da eq. (3.8) e da eq. (3.9), e considerando $b_K = 2 b_J$ será denominada Opção 1.a, enquanto que a alternativa de usar $b_K = \xi b_J$ será chamada de Opção 1.b. ⁽²⁾.

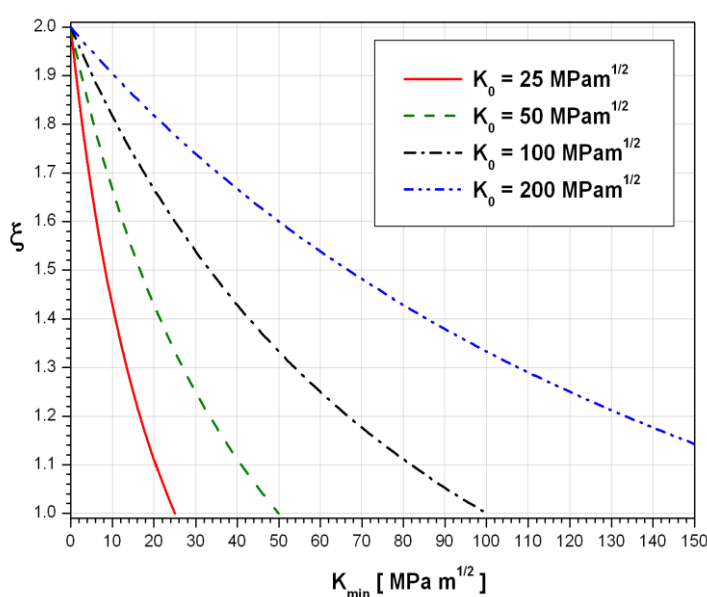


Figura 0.5 - O fator ξ

3.2.2 Opção 2

Os valores de J_C se transformam em K_{Jc} equivalentes, ao aplicar a eq. (3.7). Logo, os parâmetros de Weibull em termos de **K** são estimados a partir desta amostra, desenvolvida por qualquer método de estimativa de parâmetros. Neste trabalho, foi aplicado o método de regressão linear (**LRM**).

⁽²⁾ Na análise de transformação recíproca de **K** para **J**, o fator ξ pode ser usado como: $b_{JAp} = b_K / \xi$.

3.3 EXEMPLOS NUMÉRICOS

Serão apresentados, a seguir, alguns exemplos com o intuito de comparar as diferentes alternativas: Opções 1a, 1b e 2. Os seguintes valores de parâmetros para uma **3P-W(J)** foram tomados como referência: $b_J = 2$, $J_0 = 6.95 \text{ kJ/m}^2$ e $J_{\min} = 1.74 \text{ kJ/m}^2$. As figuras 3.6 (a, b e c) mostram funções de densidade de probabilidade, probabilidade acumulada e o gráfico de Weibull, respectivamente, obtidas para os parâmetros considerados. A Tabela 0.1 mostra também os valores usados nos diferentes exemplos onde se realizou uma análise de sensibilidade, assim como os valores das funções **3P-W(K)**, obtidas a partir das diferentes opções.

Foram gerados 200 pares de valores P_i vs. J_i , igualmente espaçados de uma **3P-W(J)**, com P_i variando entre 0,001 e 0,995. Os valores J_C foram, então, transformados de valor a valor para os K_{J_C} equivalentes, através da equação (3.8), com $E = 210 \text{ GPa}$ e $\nu = 0.3$.

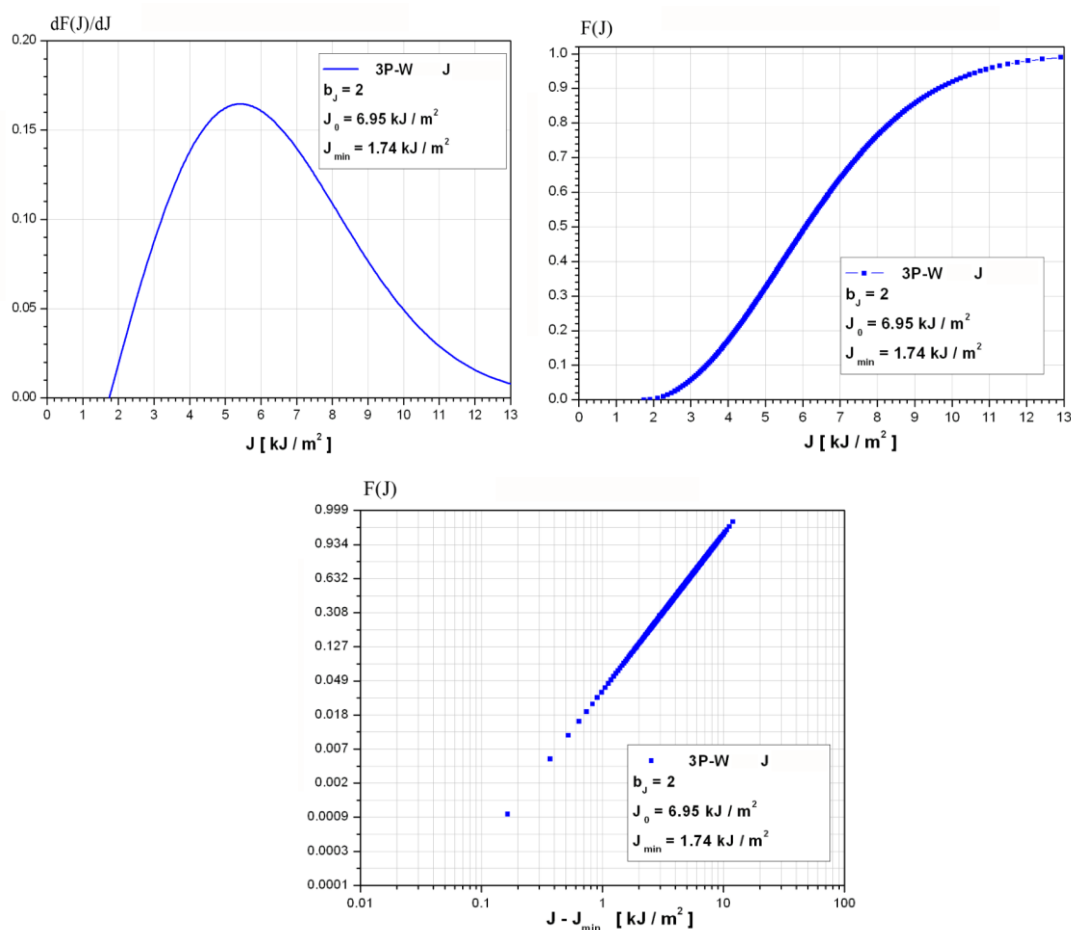


Figura 0.6 - Funções de densidade de probabilidade (a), probabilidade acumulada (b) e gráfico de Weibull (c) para os parâmetros considerados.

Tabela 0.1 - Valores usados nos exemplos

		J_c			K_{Jc}			K_{Jc}			K_{Jc}		
					Opção 1.a			Opção 1.b			Opção 2		
		J_0	J_{min}	b_J	K_0	K_{min}	b_K	K_0	K_{min}	b_K	K_0	K_{min}	b_K
Valores de referência		6,95	1,74	2	40	20	4	40	20	1,33	39.9	17.6	2.97
Comparação de Opções		27.7	1.74	2	80	20	4	80	20	1.6	79.8	7.8	3.2
		43.3	1.74	2	100	20	4	100	20	1.67	99.9	1	3.33
		173.3	1.74	2	200	20	4	200	20	1.82	200	-19	3.64
Análise de Sensibilidade Opção 1b	Efeito do parâmetro de escala	6.95	1.74	2				40	20	2.67			
		27.7	1.74	2				80	20	3.2			
		173.3	1.74	2				200	20	3.64			
	Efeito do parâmetro limiar	43.3	1.74	2				100	20	3.33			
		43.3	6.95	2				100	40	2.86			
		43.3	27.7	2				100	80	2.22			
	Efeito do parâmetro de forma	6.95	1.74	2				40	20	2.67			
		6.95	1.74	3				40	20	4			
		6.95	1.74	4				40	20	5.33			

3.3.1 Opções 1a e 1b

Os valores de K_{Jc} , obtidos para o caso de referência, são mostrados na Figura 0.7 (linha cheia), onde K_{min} é equivalente a J_{min} (equação (3.8)). Como se pode observar, os dados não são exatamente descritos por uma função $3P-W(K)$, ou seja, não descrevem uma linha reta no gráfico de Weibull, pelo menos para este valor de K_{min} . A Figura 0.7 também mostra, em linha tracejada, a função $3P-W$, transformada com K_{min} , K_0 e b_K , dados pela Opção 1.a, e com linha cheia, a aproximação com a função $3P-W(K)$ proposta com K_{min} , K_0 e b_{KAp} dados pela Opção 1.b.

Na Figura 0.7, é possível observar que a linha correspondente à Opção 1.b (linha cheia) é uma melhor aproximação para os valores K transformados, e os

níveis de probabilidade vão desde 1,8% até 99,5%, que é a aproximação resultante do uso da Opção 1.a (linha tracejada).

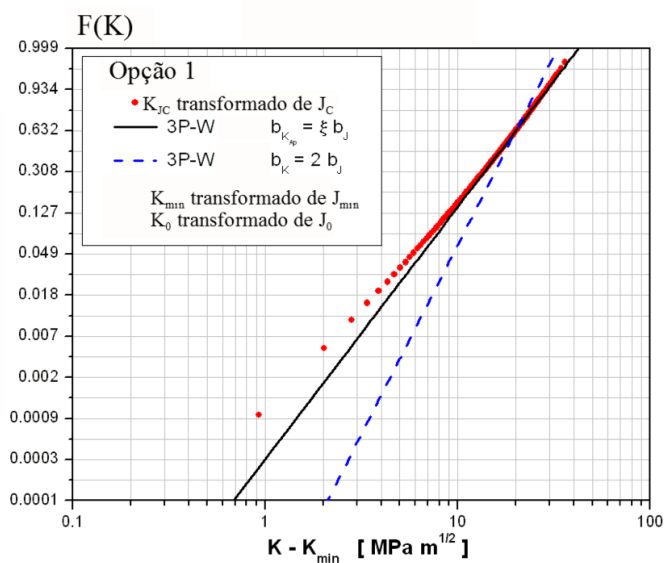


Figura 0.7 - Resultados obtidos em Opção 1a e Opção 1b.

3.3.2 Opção 2

A Figura 0.8 apresenta os resultados obtidos. Os valores de K_{Jc} estão distribuídos com pontos vazios, e a função $3P-W(K)$, obtida por LRM, se mostra em linha tracejada e pontos.

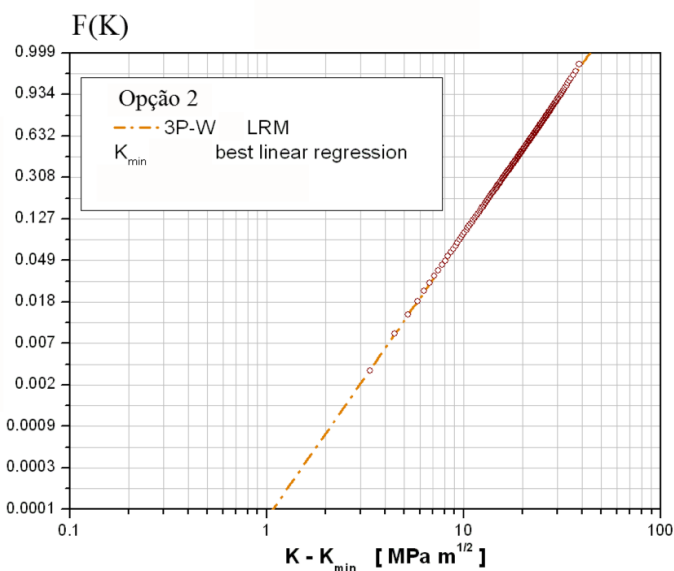


Figura 0.8 - Resultados obtidos em Opção 2

A função **3P-W(K)**, obtida por esta opção, aproxima melhor os valores de K_{Jc} que a Opção 1.b. A Opção 2 indica valores de K_{min} subestimados e também fisicamente inconsistentes com J_{min} . Isto será mostrado quantitativamente nos exemplos posteriores.

A Figura 0.9 mostra a comparação de probabilidades acumuladas: os valores K_{Jc} estão em pontos cheios; Opção 1.a, em linha tracejada; Opção 1.b, em linha contínua e Opção 2, na linha de traços e pontos.

3.3.3 Análise de Sensibilidade Para a Opção 1.b.

A Figura 0.10 mostra a influência das mudanças nos parâmetros de escala (a), limite (b) e forma (c), de acordo com os valores indicados na Tabela 0.1 para a Opção 1.b.

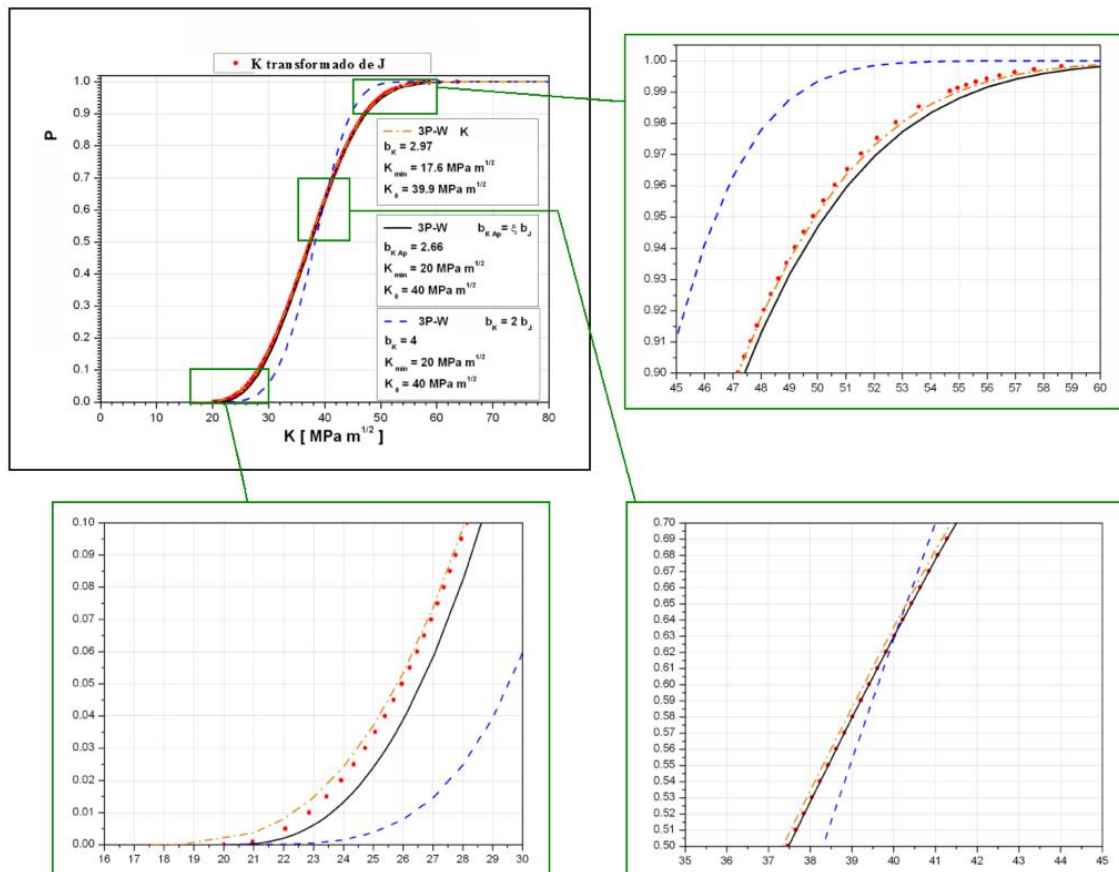


Figura 0.9 - Comparação de probabilidades acumuladas

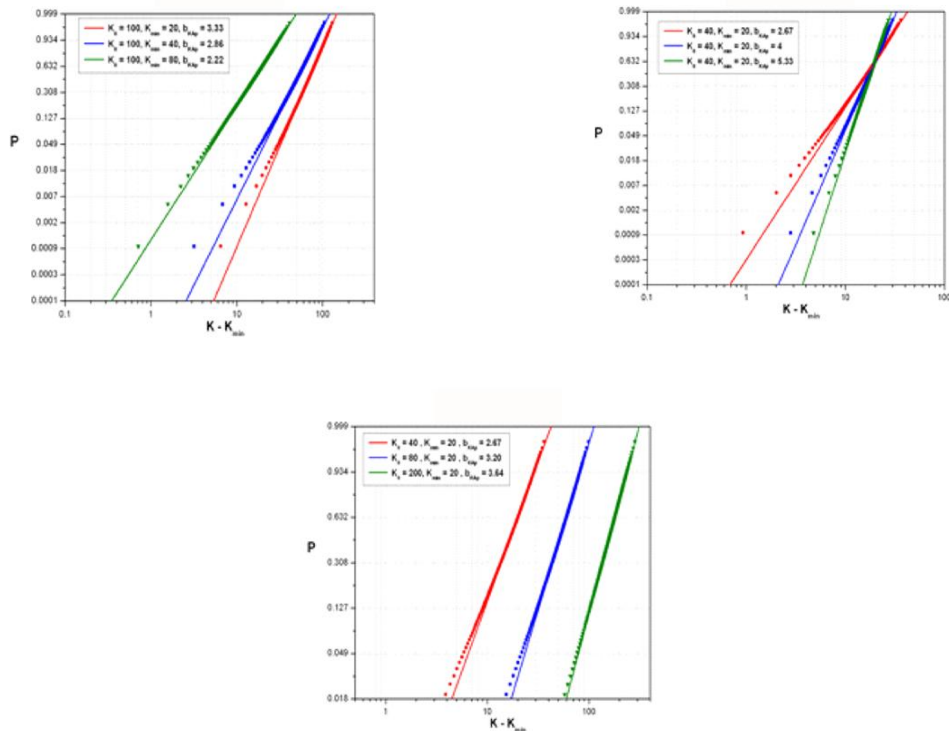


Figura 0.10 - Influência das mudanças nos parâmetros de escala (a), limite (b) e forma (c)

Observa-se que a inclinação da função de Weibull aproximada avizinha-se dos valores transformados e convergem para $P = 0,632$ e também nota-se que a aproximação com uma função $3P-W(K)$ para os valores transformados de K_{JC} é excelente para valores de probabilidade acumulada entre 1,8% e 99,5%.

De acordo com as equações (3.18) e (3.19), a inclinação aproximada, b_{KAP} , não depende somente de b_J , mas dos três parâmetros. Isto é evidenciado nas Figuras 3.10a e 3.10b, onde a inclinação b_J é constante, enquanto que a inclinação aproximada, b_{KAP} , é diferente, porque se altera J_0 ou J_{min} .

3.3.4 Comparações Entre Opções 1.a, 1.b e 2

A Tabela 0.1 apresenta também alguns exemplos comparativos dos parâmetros obtidos através das Opções 1.a, 1.b e 2; e a Figura 0.11 apresenta as funções de probabilidade acumulada de um dos exemplos. As opções 1.b (linha cheia) e 2 (linha de traço e pontos) denotam excelente concordância, embora os

valores do parâmetro limite obtido por regressão linear dos valores transformados de K_{JC} , estimam por baixo o K_{min} correspondente a J_{min} , e por vezes, indicam valores K_{min} fisicamente inconsistentes, como é o caso do exemplo da Figura 0.11, onde K_{min} resultou no valor $-19 \text{ MPa m}^{1/2}$. As funções **3P-W(K)** com inclinações de Weibull $b_K = 2b_J$ (Opção 1.a), em linha tracejada na figura, fornecem aproximações pobres.

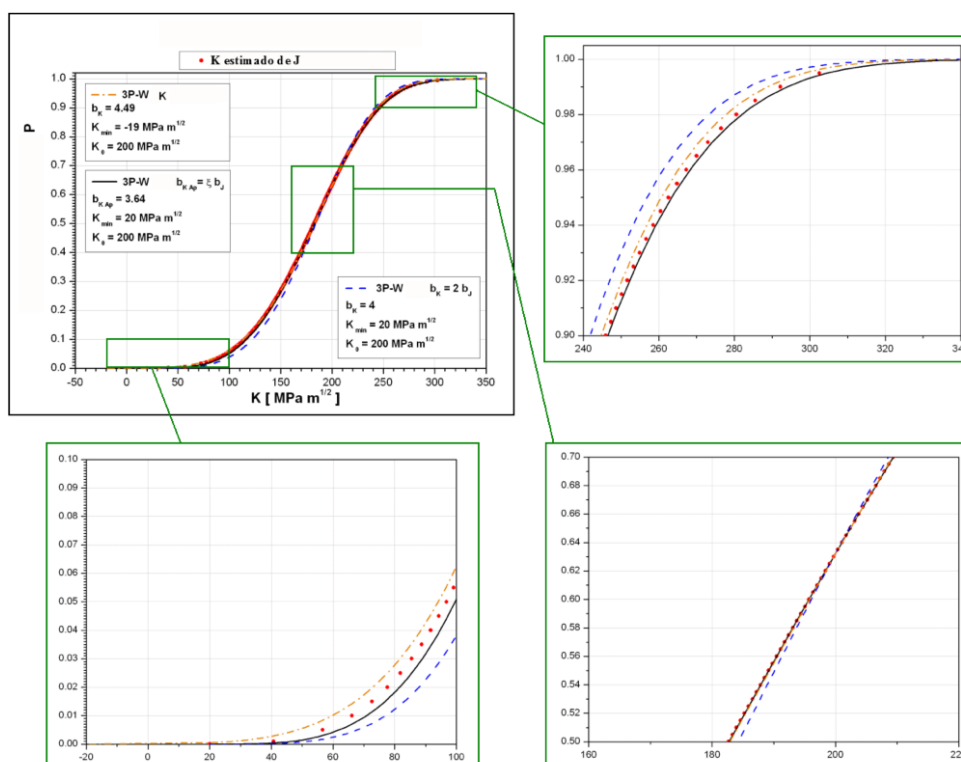


Figura 0.11 - Comparação de probabilidades acumuladas

3.4 DISCUSSÃO

Como já mencionado na introdução do capítulo, várias alternativas para o uso da estatística de Weibull têm sido propostas: alguns autores usaram **3P-W(J)** (Landes e McCabe, 1982), (Neville e Knott, 1986), (Perez Ipiña *et al.*, 1994), (Cocco *et al.*, 2007) e outros em termos de K (Wallin, 1984 e 1993), (Miglin *et al.*, 1994), (ASTM E1921, 2002); enquanto que outros empregaram **2P-W(J)** (Landes e Shaffer, 1980), (Anderson *et al.*, 1994), (Heerens *et al.*, 1993), (Iwadata *et al.*, 1983) ou **2P-W(K)** (Wallin, 1984) e (Anderson *et al.*, 1994).

Landes e McCabe (1982) foram os primeiros pesquisadores que propuseram o uso de uma **3P-W(J)**, enquanto que Wallin (1984) sugeriu o uso de **3P-W(K)**. McCabe, Zerbst e Heerens (1983) observaram que:

The three-parameters Weibull is used as a theoretical basis of support for the experimental observation that Weibull slope is always 4 when fracture toughness is expressed in units of K_J and 2 when expressed in units of J . (MC CABB, et al., 1993, p. 12)

Ruggieri, Gao e Dodds (2000), referindo-se ao tratamento estatístico de fratura frágil, declararam que:

A function derived from weakest link statistics that conveniently characterizes the distribution of toughness values is a 3P-W distribution in J values”, como expressa a eq. (3.3), e ainda declararam que: “this distribution is applicable for other measures of fracture toughness, such as K_{Jc} . A central feature emerging from the probabilistic treatment of brittle fracture based upon the weakest link model is that, under small scale yielding conditions, the scatter of cleavage fracture toughness data is characterized by $b_J = 2$ for J_c -distributions or $b_K = 4$ for K_{Jc} -distributions.(RUGGIERI, et al., 2000, p. 103)

Da mesma forma, Kozák e Vlček (2005) afirmaram que o modelo **3P-W** é empregado para aproximar a relação entre K_{Jc} e a probabilidade acumulada de falha, como na eq. (3.12), onde b_K é o parâmetro de forma, que é assumido como sendo 4, a uma dada temperatura, e também comentaram que:

From the weakest link statistic for J -integral, eq. (3.3), a central feature emerging from this model is that, under small scale yielding condition, the scatter in the cleavage fracture toughness data is characterized by $b_J = 2$ for Jc values. (KOZÁK, et. al., 2005, p. 1894)

Para a situação particular de uma **2P-W**, existe uma relação precisa entre distribuições em termos de **J** e **K**, como foi amplamente demonstrado por Anderson

et al. (1994), K_0 é o valor transformado de J_0 , através da eq. (3.8), e no caso do parâmetro de forma $b_K = 2 b_J$. Então, quando o comportamento do material segue uma **2P-W**, não há diferença ao usar uma distribuição em função de **J** ou **K**, pois são equivalentes.

Esta simples relação não pode ser generalizada para situações **3P-W**, pois não existe uma relação exata entre as distribuições em termos de **J** e **K**, pelo menos para a transformação dos parâmetros usando a eq. (3.8) e a eq. (3.9). Em outras palavras: uma **3P-W(J)** não pode ser transformada exatamente em uma **3P-W(K)**; a transformação correspondente é uma função diferente de uma **3P-W** (eq. (3.11)), como foi mostrado na Figura 0.9. Assim, alguns parágrafos tomados da literatura e mencionados acima são discutíveis, porque os autores consideraram que a relação válida para funções **2P-W** pode ser usada para funções **3P-W**, fazendo o uso do fator 2 entre as inclinações de Weibull.

Entretanto, uma função aproximada **3P-W** pode ser obtida, tanto para J_c quanto para K_{Jc} , e fornece uma boa aproximação para uma ampla gama de probabilidades. Nesta aproximação, K_{min} e K_0 são transformados, utilizando as eq. (3.8) e (3.9) respectivamente, enquanto que a inclinação da função aproximada **3P-W** está relacionada com a inclinação original, através do fator ξ , que varia entre 1 e 2 (eq. (3.18)). O fator ξ assume um valor de 2, somente quando $K_{min} = 0$, ou seja, para uma distribuição **2P-W**, e tende a 1 para $K_{min} \rightarrow K_0$, como apresentado na Figura 0.5.

As figuras 3.10 e 3.11 mostram que para os valores de $(J_0 - J_{min})$ desde 5.21 kJ/m² a 171.6 kJ/m² ou mais, ou para valores de **K** ($K_0 - K_{min}$) desde 20 MPa m^{1/2} a 180 MPa m^{1/2} ou mais, a aproximação é excelente no intervalo de probabilidade acumulada desde 1,8% até 99,5%. Na transformação proposta, o parâmetro limite no valor de **K** é consistente com o valor limite de **J**. O mesmo vale para K_0 e J_0 , onde ambos possuem a mesma probabilidade acumulada de 0,632.

Ao utilizar a relação simples, $b_K = 2 b_J$, na transformação de funções **3P-W**, podem ser introduzidos erros importantes. A Figura 0.7 mostra um exemplo onde a máxima diferença na probabilidade, utilizando a Opção 1.a é 11,7%. Em qualquer caso, a máxima diferença na probabilidade acumulada para a função **3P-W** transformada usando a aproximação proposta $b_{KAp} = \xi b_J$ (Opção 1.b), é de somente 1.4% (linha cheia na figura). Um comportamento semelhante ocorre no exemplo da

Figura 0.11, onde a máxima diferença na probabilidade acumulada é 3% ($\Delta P = 0.03$) entre a linha tracejada e os pontos da transformação de valor em valor, enquanto que a máxima diferença de probabilidade acumulada entre a aproximação recomendada, linha contínua e os pontos de transformação de valor em valor é de 0,6% ($\Delta P = 0.006$).

De qualquer forma, se as funções **3P-W(K)** aproximadas, usando $b_{KAp} = \xi b_J$ (linha cheia) e uma **3P-W**, obtida pelo método de regressão linear (linha de traço e pontos) são comparadas, é possível observar que ambas aproximam de forma aceitável os valores de K_{Jc} . No entanto, em todos os exemplos (Figuras 3.7, 3.2 e Tabela 0.1), a função **3P-W** obtida por **LRM**, subestima o K_{min} comparado com o valor transformado K_{Jmin} , e no exemplo da Figura 0.11, seu valor é fisicamente inconsistente $K_{min} = -19 \text{ MPa m}^{1/2}$. Todavia, no caso de valores positivos de K_{min} , eles são menores que os correspondentes transformados, dando outra inconsistência: quando a probabilidade de falha é nula para um dado valor de J_{min} , seu valor equivalente K_{Jmin} terá uma probabilidade de falha maior que zero, porque o limite obtido por **LRM** é $K_{min} < K_{Jmin}$.

Neste trabalho, não foi analisado qual das duas funções (**3P(W(J))** ou **3P-W(K)**) é mais apropriada para descrever a dispersão da tenacidade à fratura de aços ferríticos, na região dúctil-frágil.

3.5 CONCLUSÕES DA SEÇÃO

- Quando os valores de J_c , distribuídos de acordo com uma função **3P-W(J)**, são convertidos em seus valores equivalentes K_{Jc} , estes resultados transformados não se distribuem de acordo com uma função **3P-W(K)** com parâmetros de escala e limite equivalentes, e vice-versa. No entanto, estes valores equivalentes de K_{Jc} podem ser aproximados com uma função **3P-W(K)**, e vice-versa.
- Os valores limite e de escala são transformados, usando a relação conhecida entre **J** e **K**, eq. (3.9) e eq. (3.10).
- O parâmetro de forma ou inclinação de Weibull, em termos de **K**, pode ser

aproximado pela relação $\mathbf{b}_{KAp} = \xi \mathbf{b}_J$ ($1 < \xi < 2$), onde ξ depende de \mathbf{K}_0 e \mathbf{K}_{\min} , eq. (3.22).

- O parâmetro de forma ou inclinação de Weibull, em termos de \mathbf{J} , pode ser aproximado pela relação $\mathbf{b}_{JAp} = \mathbf{b}_K / \xi$.
- Para a equivalência entre distribuições de uma função **2P-W**, existe a relação das inclinações de Weibull, *i.e.* $\mathbf{b}_K = 2 \mathbf{b}_J$.
- Uma função **3P-W(K)** pode ser obtida por **LRM**, a partir dos valores transformados de \mathbf{K}_{Jc} (Opção 2), embora ocorra uma perda de equivalência entre os parâmetros limite (\mathbf{K}_{\min} e \mathbf{J}_{\min}) e ainda o parâmetro limite possa apresentar valores fisicamente inconsistentes.

4 REINTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO, EFEITO DE TAMANHO E INÍCIO DO *UPPER SHELF*

4.1 EFEITO DE TAMANHO NA TRANSIÇÃO

A interpretação do fenômeno de dispersão dos resultados, nos ensaios de tenacidade à fratura na transição dúctil-frágil, foi feito, como mencionado, através do desenvolvimento de duas teorias. Uma delas explicava o comportamento em termos de uma restrição às deformações menor nos corpos de prova pequenos, provocando, assim, valores médios de tenacidade mais altos (Dawes, 1979). Esta teoria justificou o método da *British Standard Institution* para os ensaios CTOD (BSI, 1979), onde foi sugerido que as condições de restrição à deformação fossem totalmente simuladas nos corpos de prova com uso da mesma espessura de serviço. Segundo esta hipótese, não é possível prever a tenacidade de determinado tamanho, testando amostras menores.

A outra teoria, introduzida por Landes e Shaffer (1980), propôs um modelo estatístico, baseado na maior dispersão, presente nos ensaios com espessuras menores. Este modelo sugere que corpos de prova pequenos permitiriam caracterizar a tenacidade em espessuras maiores. De acordo com estes autores, a tenacidade não é constante na ponta da trinca, e a instabilidade não seria regida pela tenacidade média, mas pelo ponto de valor mínimo. Em um corpo de prova grande, haveria maior probabilidade de encontrar pontos de baixa tenacidade do que em um corpo de prova pequeno, o que levaria a uma menor dispersão. Os extremos inferiores das dispersões coincidiriam para os diferentes tamanhos.

A dispersão e o efeito de tamanho na tenacidade à fratura também são explicados através da teoria do elo mais fraco, ou *weakest link*: presume-se que pequenas regiões de tenacidade muito baixa, chamadas *weak links*, estão distribuídas aleatoriamente no material. A falha ocorre quando a tensão em um desses *weak links* alcança o valor crítico. As tensões na frente da ponta da trinca possuem um pico característico que aumenta e se desloca para o ligamento à medida que a carga cresce. A carga para a fratura depende da localização do *weak link* no volume na frente da pré-fissura por fadiga e da tensão crítica do *weak link*

envolvido.

Pode ocorrer alguma deformação plástica ou algum crescimento estável da trinca, antes que ocorra a clivagem (Heerens *et al.*, 1993).

Além da grande dispersão, a teoria do *weakest link* também explica o efeito de tamanho de corpo de prova, como um aumento no comprimento da frente de trinca (pelo aumento da espessura do corpo de prova) que traz como consequência um aumento de volume altamente tensionado que esteja na frente da ponta da trinca. Isto aumenta a probabilidade de encontrar um *weak link*. Então, é esperado que uma espessura maior apresente uma menor tenacidade que uma espessura menor. Comparando com uma trinca estacionária, o crescimento estável da trinca afeta o volume de material altamente tensionado e deformado plasticamente na ponta e também pode influenciar o mecanismo de disparo da clivagem (Heerens *et al.*, 1993).

Landes e Shaffer (1980) aplicaram a função de distribuição de Weibull de dois parâmetros aos resultados de instabilidade J_c , provenientes dos ensaios com pequenos corpos de prova. A probabilidade de que J_c seja maior do que J é dada por:

$$[1 - F_1(J)] = e^{-\left(\frac{J}{J_0}\right)^b} \quad (0-1)$$

Para espessuras N vezes maiores:

$$[1 - F_N(J)] = e^{-N\left(\frac{J}{J_0}\right)^b}, \quad (4.2)$$

onde N é denominado fator de tamanho.

Em seguida, determinada a distribuição de Weibull com o cálculo dos parâmetros c e b da eq. (4.1), usando os valores experimentais de ensaios de corpos de prova pequenos, através da eq. (4.2) e os valores de c e b , é possível calcular a distribuição estatística e prever resultados de ensaios sobre corpos de prova que possuem uma relação de tamanho N . A aplicabilidade é clara: testando corpos de prova menores, é possível conhecer a tenacidade para tamanhos maiores.

Infelizmente, com o modelo de dois parâmetros de Weibull, o valor médio de instabilidade J_c tende a zero para tamanhos extremamente grandes. Landes e McCabe (1982) propuseram que existe um limite inferior de tenacidade J_c , mesmo no caso em que o tamanho da amostra cresça indefinidamente. Este limite inferior pode ser levado em conta através do terceiro parâmetro de Weibull, J_0 .

Desta maneira, as eq. (4.1) e (4.2) são alteradas para:

$$[1 - F_1(J)] = e^{-\left(\frac{J - J_{\min}}{J_o - J_{\min}}\right)^{bj}} \quad (4.3)$$

$$[1 - F_N(J)] = e^{-N\left(\frac{J - J_{\min}}{J_o - J_{\min}}\right)^{bj}} \quad (4.4)$$

Na Figura 0.1, estão representadas as derivadas das eq. (4.3) e (4.4) (funções densidade de probabilidade), a primeira com os parâmetros obtidos dos resultados experimentais (Iwadata *et al.*, 1983), e a segunda com a distribuição calculada com os parâmetros da eq. (4.3) para uma espessura maior ($N = 4$), onde pode ser visto como a dispersão e a média diminuem para corpos de prova maiores e que o valor limite se mantém.

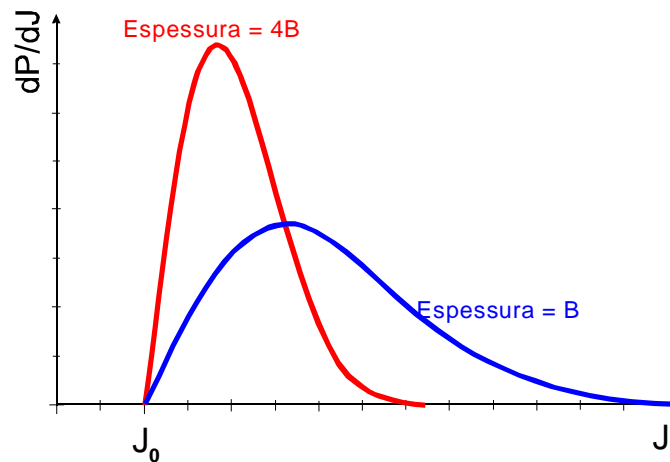


Figura 0.1 - Efeito da espessura na 3P-W

Posteriormente, McCabe *et al.* (1983) propuseram usar uma distribuição de Weibull de três parâmetros, mas expressa em termos de K no lugar de J :

$$[1 - F_1(K_{Jc})] = e^{-\left(\frac{K - K_{\min}}{K_o - K_{\min}}\right)^{bk}} \quad (4.5)$$

A Figura 0.2 mostra as curvas de transição correspondentes para um mesmo material, ensaiado com tamanhos diferentes. A maior dispersão dos tamanhos menores se mostra na curva superior mais alta. As curvas inferiores são as mesmas para ambos os tamanhos.

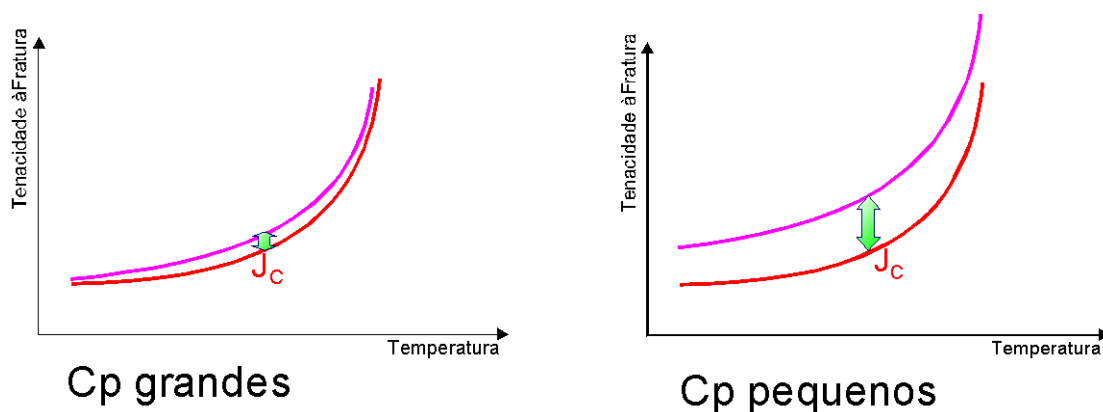


Figura 0.2 - Efeito de tamanho na curva de tenacidade por clivagem

O surgimento destes modelos significou um grande avanço no tratamento do problema, mas depois foram encontradas algumas limitações: efeitos de crescimento estável de trinca e perda de restrição, que se voltam mais importantes, à medida que aumenta a temperatura de ensaio.

4.2 CARACTERIZAÇÃO DA TENACIDADE NO *UPPER SHELF*

No *upper shelf*, muda o mecanismo de crescimento de trinca. Geralmente, considera-se não ser possível o mecanismo de clivagem nessa região. A trinca cresce de forma estável e, eventualmente, pode produzir uma instabilidade por mecanismo dúctil. A caracterização do crescimento de trinca deixa de ser possível, mediante um único parâmetro, como ocorre na transição e no *lower shelf*. Aplicam-se as curvas de resistência ao crescimento de trinca, com um valor, J_{IC} , que marca o início do crescimento estável (ASTM, 2005). O módulo de descarregamento (*tearing modulus*, T), proporcional à inclinação da curva de resistência é empregado para realizar análise de instabilidade por mecanismo dúctil (Paris et al., 1979).

Ao realizar o levantamento da curva de transição em termos da tenacidade à fratura, é comum suspender um ensaio, quando se ultrapassa a carga máxima, sem

que tenha ocorrido clivagem. Quando todos os testes realizados a uma temperatura atingem o patamar de carga máxima, sem clivagem, é comum considerar que o *upper shelf* tenha sido alcançado.

4.3 REINTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL

Ao procurar o limite entre a transição e o *upper shelf*, ele mesmo pode ser considerado, ao menos como uma primeira aproximação, como a interseção de uma curva de clivagem com uma de “mecanismo dúctil” (Figura 0.3). Devido à dispersão de resultados, Ericksonkirk e Ericksonkirk (2006) propuseram a interseção entre a curva de $K_{J_{med}}$, dada pela ASTM (*Master Curve*), com a curva de variação de J_{IC} , como o limite entre a região de transição e o *upper shelf*. Esta alternativa tem uma temperatura bem definida como limite entre fratura frágil e comportamento dúctil.

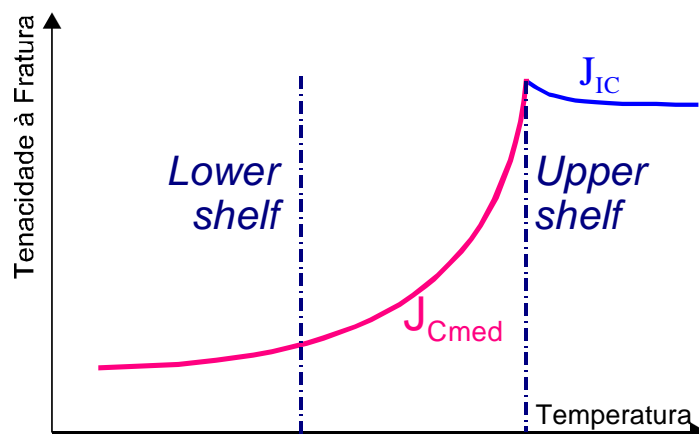


Figura 0.3 - Limite entre a transição e o *upper shelf*.

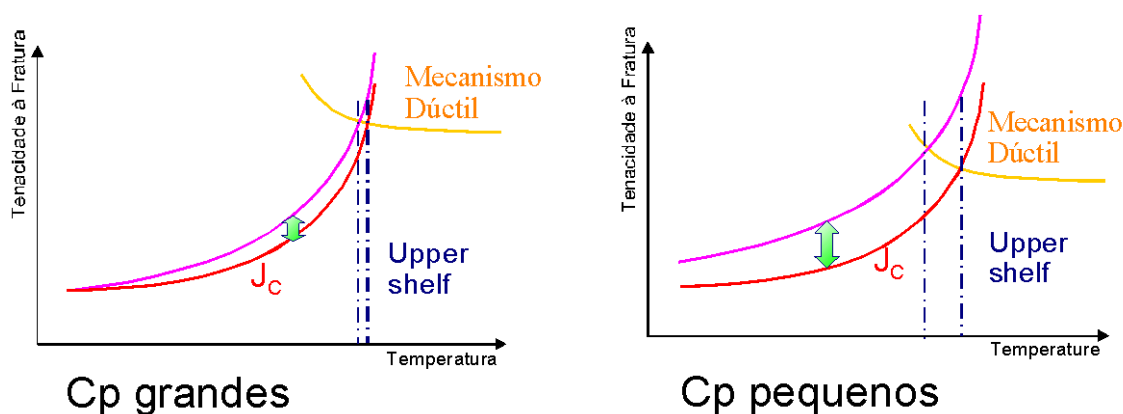


Figura 0.4 - Efeito de tamanho pela concorrência de mecanismos frágil e dúctil

A dispersão da tenacidade por clivagem, que depende do tamanho, é levada em consideração na Figura 0.4. Ela mostra uma sub-região onde existem resultados de clivagem e de não clivagem, onde a propagação da clivagem é limitada pela ocorrência do mecanismo dúctil, o que impede de alcançar força suficiente para disparar os valores mais altos da zona de propagação da clivagem. Nota-se que, nesta região de transição, a dispersão diminui à medida que a temperatura aumenta. Também se observa na figura que a sub-região onde os mecanismos coexistem também aumenta para as temperaturas menores, à medida que se reduz o tamanho.

Como já mencionado, não existe uma caracterização de apenas um parâmetro (*single-parameter characterization*) no *upper shelf*. Então, não é somente a curva de iniciação de crescimento estável que define o comportamento de fratura nesta região; devem ser consideradas as curvas **R** e a instabilidade pelo rasgamento dúctil. Então, de um ponto de vista de práticas laboratoriais, os ensaios sem clivagem são finalizados, quando a carga começa a diminuir e, normalmente, se considera que o *upper shelf* tenha começado, quando todos os ensaios alcançaram esta condição, (Figura 0.5).

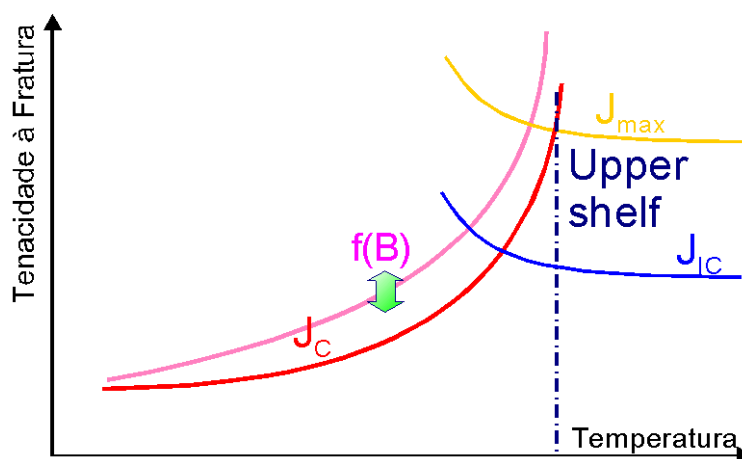


Figura 0.5 - *Upper shelf* dado por J_{max} .

De acordo com a coexistência de diferentes mecanismos agindo em uma mesma temperatura, propõe-se a existência de sub-regiões na curva de transição dúctil-frágil, Figura 0.6. (Perez Ipiña *et al.* 1994).

- i) Todos os corpos de prova fraturam por clivagem, sem crescimento estável de trinca.
- ii) Alguns corpos de prova fraturam por clivagem, sem crescimento estável de

trinca, enquanto outros fraturam, após certa quantidade de crescimento estável de trinca.

iii) A clivagem não ocorre antes do crescimento estável de trinca. Todos os corpos de prova fraturam por clivagem, após certa quantidade de crescimento estável de trinca.

iv) Alguns corpos de prova fraturam, após certa quantidade de crescimento estável de trinca, enquanto que outros alcançam a carga máxima e não apresentam instabilidade.

Para temperaturas mais altas, não ocorre clivagem e se considera que o comportamento corresponde ao *upper shelf*.

Dependendo da diferença entre J_{IC} e J_{max} , a interseção de J_{max} com a curva de limite superior de dispersão de clivagem pode ocorrer a temperaturas maiores ou menores que a interseção das curvas de J_{IC} com o limite de clivagem.

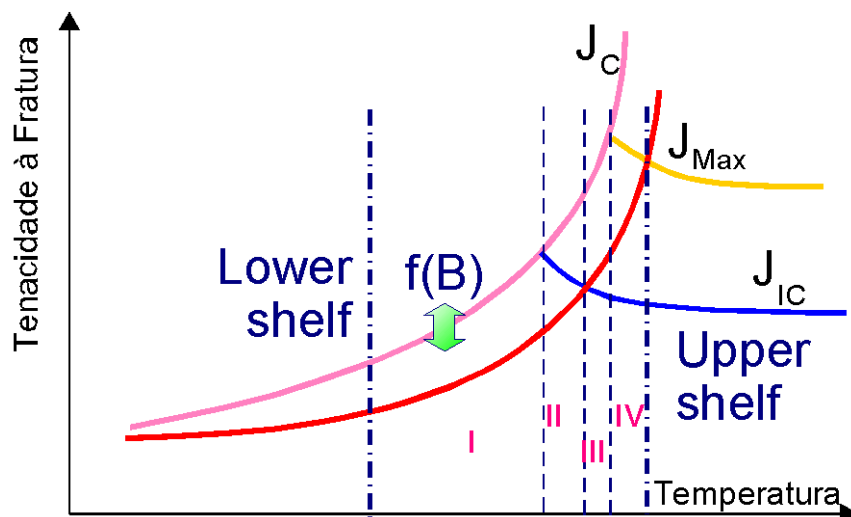


Figura 0.6 - Sub-regiões na transição.

Por outro lado, a tenacidade à fratura da carga máxima é dependente do tamanho. Corpos de prova pequenos apresentam o patamar P_{max} muito próximo do início do crescimento estável de trinca, enquanto que corpos de prova grandes requerem mais crescimento estável de trinca para atingir esse patamar, resultando, então, valores maiores de J_{max} que em corpos de prova menores.

As interseções com as curvas de clivagem – a curva superior de clivagem é

também dependente do tamanho – ocorrem, então, para diferentes temperaturas, Figura 0.7 e Figura 0.8. A Região IV aumenta e se desloca relativamente a temperaturas mais altas, à medida que o tamanho se torna maior, fazendo que o início do *upper shelf* seja também dependente do tamanho do corpo de prova ou estrutura.

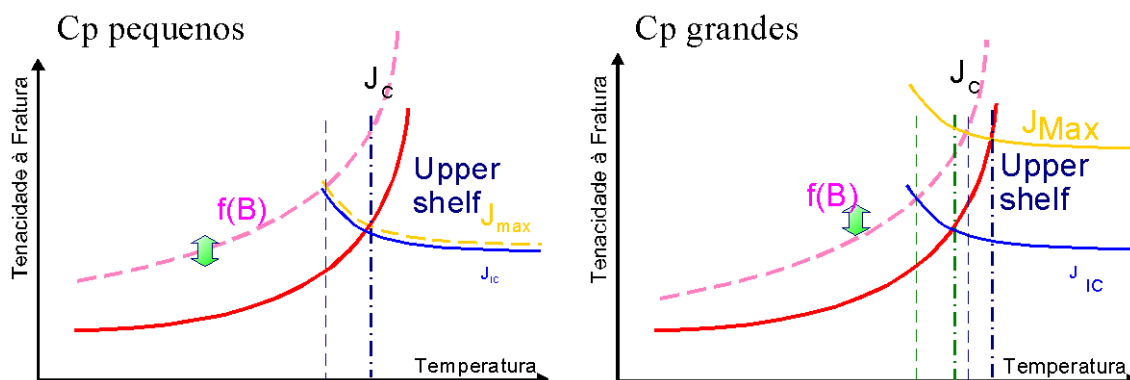


Figura 0.7 - Efeito de tamanho no limite entre transição e *upper shelf*.

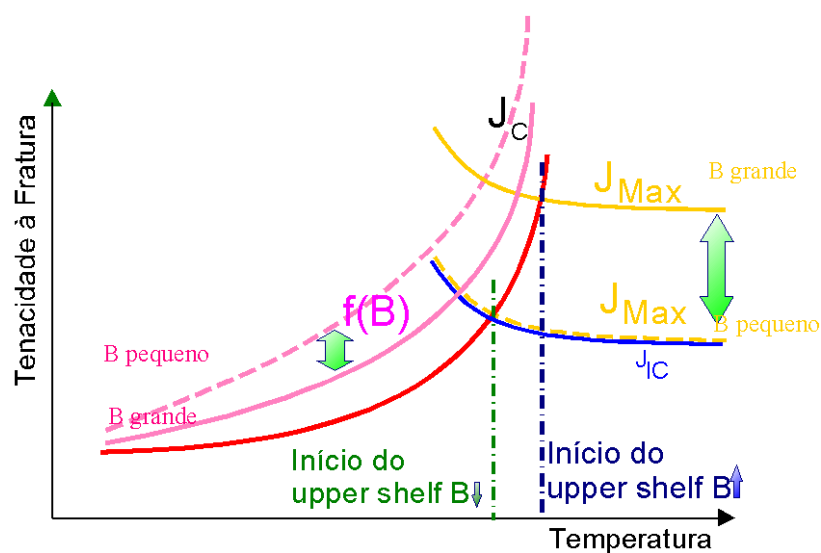


Figura 0.8 - Região de início do upper shelf.

4.4 CORROBORAÇÃO EXPERIMENTAL

Na Tabela 0.1 e na Figura 0.9, se observam os resultados obtidos recentemente no *Round Robin*, realizado por ESIS (Heerens y Hellman, 2002). O material usado neste programa cooperativo foi um aço de um vaso de pressão

temperado e revenido DIN 22NiMoCr37, testado usando quatro tamanhos de corpos de prova C(T) (espessuras de 12.5 mm, 25 mm, 50 mm e 100 mm, identificadas 1/2T, 1T, 2T e 4T respectivamente), em oito temperaturas diferentes, principalmente na região de transição dúctil-frágil. O parâmetro avaliado foi a integral **J**, calculada de acordo com o procedimento ESIS P2-92. Considerando no total de 24 conjuntos de dados individuais obtidos com, pelo menos, 30 amostras.

A Figura 0.9 mostra as faixas de dispersão dos resultados experimentais, obtidos no *round robin* para cada temperatura e tamanho de corpo de prova, levando em conta se houve ou não o crescimento estável de trinca e se houve ou não clivagem. Também se mostram os limites de validade para cada espessura.

Nos gráficos da figura observam-se os vários aspectos enunciados: para temperaturas 0°C e 20°C a dispersão para **B**=12.5 mm é baixa e apresentaram-se poucos testes com clivagem, enquanto que ela ocorre mais para tamanhos maiores, com um percentual maior de ensaios com clivagem. Os valores de tenacidade para carga máxima registraram pouca dispersão para um dado tamanho e uma dada temperatura, mas aumentaram – para a mesma temperatura – avolumado o tamanho. As distintas sub-regiões começam de temperaturas menores e ocupam faixas mais amplas de temperaturas para tamanhos menores. Por último, corpos de prova pequenos mostram o início do *upper shelf* a temperaturas menores do que em corpos de prova grandes.

Do ponto de vista da engenharia, seria desejável ser capaz de determinar o início do *upper shelf*, por meio de ensaios de laboratório, de modo que os materiais e as condições operacionais sobre a transição fossem completamente estabelecidos. É imperativo que o começo do *upper shelf* obtido em laboratório seja o mesmo que na estrutura real. Em vez disso, e tal como já estabeleceu Wallin (2002), o início da fratura é possível em valores muito altos de **K_{JC}** e a altas temperaturas. Não se pode definir qualquer valor absoluto da temperatura de início do *upper shelf*. A transição dúctil para frágil não é uma propriedade verdadeira do material. Sempre está relacionada com o tamanho da estrutura.

Existe a necessidade de continuar investigando esta região, especialmente o efeito de ensaios não válidos e também como prever e/ou prevenir a fratura por clivagem nas grandes estruturas, testando em laboratório corpos de prova relativamente pequenos.

Tabela 0.1 - Descrição dos grupos de dados.

Grupo	T (°C)	Tamanho	Número de ensaios	Ensaio sem clivagem	Ensaio com Δa	Sub-região
1		1/2 T	31+1	0+0	0+0	I
2	-154	1T	34+5	0+0	0+0	Lower shelf
3		2T	30+2	0+0	0+0	Lower shelf
4	-110	1/2 T	33	0	0	I
5		1/2 T	31	0	6	II
6		1T	34	0	4	II
7	-91	2T	30	0	0	I
8		4T	15	0	0	Lower shelf ou I**
9		1/2 T	31+31	0+1	1+8	III'
10	-60	1T	34	0	17	II
11		2T	30	0	0	II
12		1/2 T	30	5	27	III'
13	-40	1T	32	0	26	II
14		2T	30	0	6	II
15		1/2 T	31	21	28	III'
16		1T	30	0	26	II
17	-20	1T sg	20	0	18	II
18		2T	30	0	15	II
19		4T	15	0	10	II
20	-10	1T	5	1	5	IV
21		1/2 T	30	27	30	IV
22		1T	30+11	23+9	30+11	IV
23	0	2T	30	0	26	II
24		4T	16	0	14	II
25		1T	10	9	10	IV
26	20	2T	30	21	30	IV
27		4T	15	3	15	IV

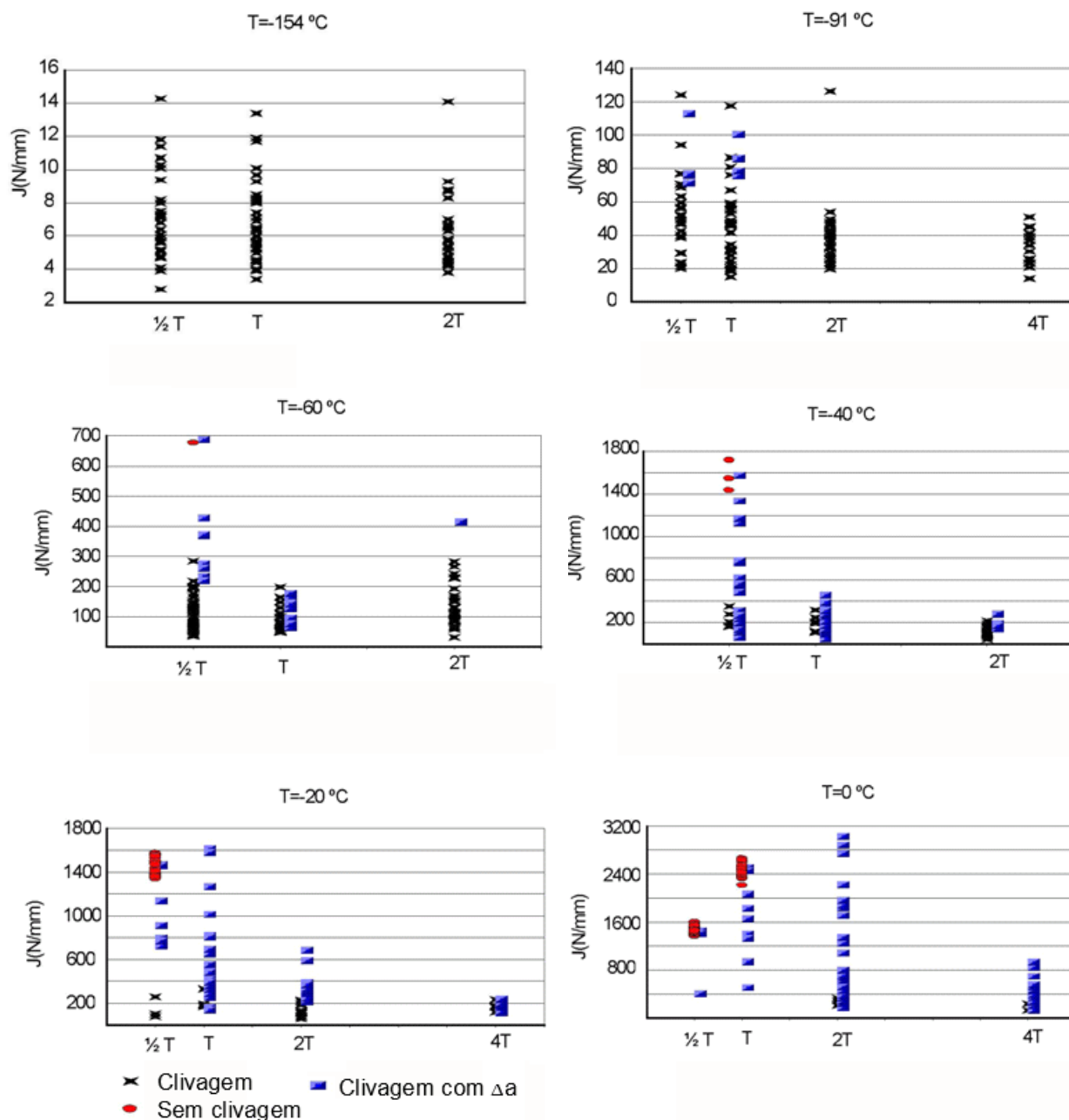


Figura 0.9 - Resultados do *round robin* da ESIS 2002

Landes e colaboradores propuseram que, para uma dada temperatura na transição, a dispersão diminui, à medida que se aumenta o tamanho (Landes e Shaffer, 1980), mantido o valor mínimo (*lower bound*), mas não a média. (Landes e McCabe, 1982). Os resultados obtidos no *round robin* mostram esta tendência, embora nem sempre, especialmente no terço superior da transição, próximo do *upper shelf*. A ocorrência de muitos resultados não válidos, especialmente a altas temperaturas, dificulta a análise e pode também mascarar tendências. Conforme

mostrado na figura, as transgressões mais importantes ocorrem para espessuras menores e a maiores temperaturas.

A seguir, faz-se uma breve descrição dos resultados experimentais do *round robin*:

a) A -154°C não se observam grandes diferenças nas dispersões para corpos de prova com espessuras diferentes. Os valores mínimos e máximos foram similares, independentemente das espessuras testadas. Wallin (2002) considerou que esta temperatura corresponde ao *lower shelf*.

b) A -91°C observa-se algo similar ao que se apresentou a -154°C , embora os corpos de prova de espessura **4T** tenham registrado um valor mínimo consistente com os outros, mas com uma dispersão menor.

c) A -60°C manifesta-se uma anomalia com respeito ao que prevê a teoria do *weakest link*. Os valores mínimos são similares para todas as espessuras, embora para os corpos de prova de $\frac{1}{2} \text{ T}$ a faixa de dispersão seja mais estreita que a correspondente ao tamanho maior (**2T**). Dados de espessura $\frac{1}{2} \text{ T}$ expressam alguns resultados que excedem a máxima tenacidade aceitável pelos limites de **J**. Todos os dados correspondem à fratura instável.

d) -40°C observa-se uma tenacidade tal como prediz a teoria do *weakest link*, i.e. a tenacidade média e a dispersão aumentam à medida que a espessura diminui. Uma grande quantidade de resultados ultrapassou a máxima tenacidade permissível para as espessuras menores. Para o grupo de **1/2T**, a fratura instável não ocorreu em 5 ensaios.

e) A -20°C a dispersão encontrada seguiu um padrão similar ao verificado a -40°C , embora, neste caso, o valor mínimo experimental tenha assinalado uma maior variação para diferentes espessuras do que a -40°C . Também foi ultrapassada a máxima tenacidade permitida para outras espessuras, além das espessuras menores. Para espessuras de $\frac{1}{2}$ ", 21 de 31 ensaios não apresentaram fratura instável.

f) A 0°C todos os resultados experimentais para os corpos de prova de **1/2T** e **1T** excederam a tenacidade máxima permitida. Para corpos de prova de **1/2T**, somente 3 de 31 testes apresentaram fratura instável, e este comportamento foi observado somente em 7 ensaios de corpos de prova de espessura **1T**. De qualquer

forma, a faixa de dispersão para os grupos destas espessuras foram menores que para as maiores espessuras.

g) A 20°C novamente se notou uma anomalia em relação ao que se prevê na teoria do *weakest link*; a faixa de dispersão aumenta à medida que o tamanho aumenta. Ambos os valores experimentais máximo e mínimo foram apresentados por corpos de prova maiores. A carga máxima foi alcançada em 9 (de 10) e 21 (de 30) testes para tamanhos **1T** e **2T**, respectivamente. Os grupos completos para tamanhos **1T** e **2T** e alguns para corpos de prova **4T**, foram inválidos porque excederam a máxima tenacidade permitida.

Para as temperaturas mais baixas, observa-se uma aproximação a mínimos experimentais similares para diferentes espessuras e igual temperatura.

Para as temperaturas mais altas, os mínimos experimentais medidos correspondem geralmente a espessuras maiores. Isto poderia estar correlacionado ao fato de que tamanhos menores evidenciaram grande quantidade de resultados que superaram a máxima tenacidade permitida, de modo que os valores experimentais de J_c puderam ser superestimados, devido à perda de restrição.

Todas as temperaturas, salvo $T = -154^\circ\text{C}$ previram, de maneira aceitável, a *Master Curve*, dando suporte à norma ASTM E 1921 (2002) (Wallin 2002).

Embora a verificação experimental da interpretação proposta possa ser mascarada por problemas de limitações de tamanho para se obterem valores válidos, as evidências experimentais são consistentes de modo que, por exemplo, a dispersão para $T=20^\circ\text{C}$ e $B=12.5\text{mm}$ é baixa e não houve ensaios com clivagem, enquanto que a dispersão é maior para tamanhos maiores, tendo ocorrido resultados com clivagem. Em seguida, corpos de prova pequenos mostram o início da *upper shelf* a temperaturas menores do que corpos de prova maiores, tal como já estabeleceu Wallin (2002).

Do ponto de vista da engenharia, seria desejável a capacidade de determinar o início do *upper shelf*, por meio de ensaios de laboratório, de modo que as condições de comportamento do material a temperaturas acima da transição pudessem ser completamente estabelecidas. É imperativo que, no começo do *upper shelf* obtido em laboratório, seja o mesmo que na estrutura real. Infelizmente isto não é possível, como Wallin (2002) descreveu:

Fracture initiation is possible at very high K_{Jc} -values and at high temperatures. No absolute “upper shelf” transition temperature was found. Thus, the master curve assumption that the brittle to ductile transition is nothing else than a combination of two separate fracture mechanisms is supported by the present results. The brittle to ductile transition is not a true material property. It is always related to the structural size. A large structure, allowing for much ductile crack growth will have a higher transition temperature than a smaller structure of the same material and this is true even if the constraint of the structures is the same. Any definition of an upper shelf transition temperature should be based on a constant specimen geometry and size. And it should be recognized that this transition temperature will be different for a real structure. (WALLIN, 2002, p. 471)

Existe a necessidade de continuar investigando esta região, especialmente o efeito de ensaios não válidos e também como prever e/ou prevenir a fratura por clivagem, nas grandes estruturas, testando em laboratório corpos de prova relativamente pequenos.

4.5 CONCLUSÕES DA SEÇÃO

- Foi apresentada uma reinterpretação da curva de transição dúctil-frágil, introduzindo sub-regiões, em função dos mecanismos envolvidos.
- Foi também apresentada uma análise do comportamento da fratura de aços ferríticos em torno do limite da transição dúctil-frágil e o *upper shelf*.
- As análises foram verificadas com resultados experimentais do programa europeu de cooperação ESIS. Os resultados experimentais mostram desvios do que o modelo *weakest link* prevê e contribuem com a reinterpretação realizada.

- Na região próxima ao começo do patamar superior (*upper shelf*), a dispersão diminui com o aumento da temperatura e com a diminuição do tamanho dos corpos de prova, já que muitos dos corpos de prova atingiram, neste caso, o platô de carga máxima.
- Não há um limite independente do tamanho entre clivagem e *upper shelf*.
- Foi exposta uma interpretação do limite entre a região de transição e o *upper shelf*, confirmando que este limite é dependente do tamanho.
- Existe a necessidade de continuar investigando esta região, especialmente o efeito de ensaios não válidos e também como prever e/ou prevenir a fratura por clivagem nas grandes estruturas, testando em laboratório corpos de prova relativamente pequenos.

5 A TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL EM POLÍMEROS TERMOPLÁSTICOS SEMICRISTALINOS

5.1 CARACTERIZAÇÃO DA TENACIDADE À FRATURA

Os polímeros semicristalinos, modificados com borracha (rubber toughening), tais como a mistura PPH/POes, possuem aplicações estruturais, substituindo, em muitos casos, metais tradicionais. A importância da determinação confiável da tenacidade à fratura destes polímeros, em regime de transição, está baseada tanto no fato de que para esses materiais a transição se encontra próxima da temperatura ambiente quanto em que as solicitações mecânicas em serviço podem resultar em taxas de deformação, no regime de transição.

Nestes polímeros, bem como outros, tais como o nylon e polipropileno não modificado, os registros de força-deslocamento são não lineares e, por vezes, há um crescimento estável da trinca antes da falha instável (Fernando e Williams, 1980; Vu Kanh e De Cherenteneay, 1985; Frontini e Fave, 1995; Fasce e Frontini, 2002; Grein *et al.*, 2003). Como nos metais, na região de transição, os valores de tenacidade à fratura apresentam uma dispersão considerável.

Entender o comportamento no regime de transição destes polímeros, analisar as variáveis envolvidas e obter uma metodologia adequada para sua caracterização na região de transição é muito importante e representaria num grande avanço na Mecânica da Fratura de Polímeros.

Os seguintes aspectos foram estudados em dois materiais, Polipropileno Homopolímero (PPH) e Polipropileno modificado com 20% de Poliolefina Elastomérica (PPH/POes):

a) Desenvolvimento de uma metodologia para obter um único valor de tenacidade à fratura, na região de transição dúctil-frágil, com a consideração da natureza estatística do comportamento à fratura nesta região.

b) Comparação da metodologia proposta com outras desenvolvidas para caracterizar a tenacidade à fratura de polímeros em transição.

c) Análise das influências da temperatura e da taxa de deformação no

comportamento em fratura, com base na interpretação da curva de transição dúctil-frágil, já descrita.

5.2 MATERIAIS E TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

5.2.1 Materiais

O Polipropileno Homopolímero utilizado (99% isotático) é produzido pela empresa Petroquímica Cuyo S.A.I.C. A Poliolefina elastomérica (POes) é um copolímero polietileno-octeno uniforme, altamente ramificado, produzido pela Dow Chemical Co. A mistura de PPH com 20% em peso de POes foi realizada mediante a mistura mecânica dos materiais em uma extrusora de rosca dupla, sem adição de agentes de compatibilização entre as fases.

5.2.2 Técnicas experimentais

A caracterização das propriedades de fratura foi realizada através de corpos de prova de flexão em três pontos (**SE(B)**) usinados a partir de chapas moldadas de 15 x 20 cm² no plano e aproximadamente 6 mm de espessura. As dimensões dos corpos de prova foram: **B** = 6 mm, altura **W** = 2**B** = 12 mm, distância entre apoios **S** = 4**W** = 48 mm, a relação do comprimento de trinca-altura foi de **a/W** = 0.5 (Figura 0.1). Os entalhes foram usinados em uma brochadeira vertical, com raio do vértice do entalhe de 0,13 mm.

As condições de ensaio selecionadas como referência foram: taxa de deslocamento do travessão de 20 mm/min e temperatura de 23°C. A escolha foi feita de modo que, nestas condições, os materiais estudados estivessem na região de transição dúctil-frágil. Devido à natureza aleatória do comportamento da fratura, foram confeccionados 53 corpos de prova para cada material. Os ensaios foram realizados em uma máquina universal de ensaios do tipo Amsler HFP 1478.

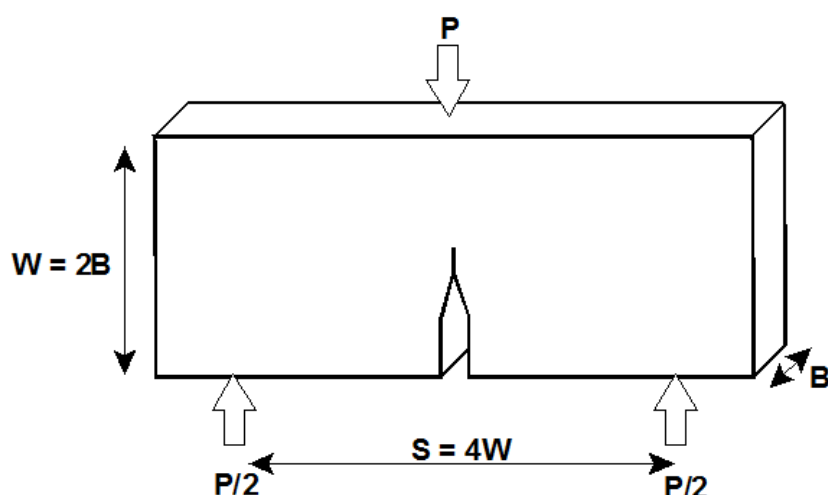


Figura 0.1 - Corpo de prova SE(B).

Devido os polímeros serem muito sensíveis tanto à temperatura quanto à taxa de carregamento, para cobrir uma vasta faixa do comportamento de transição, essas duas variáveis foram alteradas, como mostrado na Tabela 0.1. O número de corpos de prova, experimentados para cada uma das condições de ensaio, esteve entre 10 e 15. Alguns dados experimentais foram obtidos da bibliografia (Fasce, 2002).

Tabela 0.1 - Condições de ensaio

Material	T [°C]	v [mm/min]	Equipamento utilizado
PPH	23	20	Amsler HFP 1478
	-30	20*	Instron 4467
	23	$6 \times 10^{4*}$	Fractovis Ceast
PPH/POes	23	20	Amsler HFP 1478
	-30	20	Instron 4467
	23	$6 \times 10^{4*}$	Fractovist Ceast
	-30	$6 \times 10^{4*}$	Fractovist Ceast
	-60	$6 \times 10^{4*}$	Fractovist Ceast

* Fasce (2002)

A tenacidade à fratura foi avaliada mediante valores da Integral **J**. Para os corpos de prova que apresentaram instabilidade frágil, **J** foi calculado no momento da ocorrência da fratura (**J_c**). Para os corpos de prova em que não se verificou fratura frágil, **J** foi calculado no ponto onde o teste foi interrompido. Os valores de **J** foram calculados a partir das curvas de força-deslocamento do ponto de aplicação da carga e as dimensões do corpo de prova, segundo a equação:

$$J = \frac{\eta \cdot U}{B \cdot (W - a)} \quad (5.1)$$

onde $\eta = 2$, para corpos de prova de flexão em 3 pontos. **U** é a área embaixo da curva força-deslocamento; **B**, **W**, as dimensões do corpo de prova (ESIS, 1992, ASTM D6069, 1996).

5.2.3 Tenacidade Limite: Análise Estatística

A distribuição de probabilidade de uma amostra tende à distribuição de probabilidade da população, na medida que a amostra aumenta seu tamanho. Foi ensaiado um grande número de corpos de prova, num total de 53 para cada material. Em seguida, as amostras foram divididas em dois grupos menores: uma de 25 e outra de 28 corpos de prova.

Utilizou-se uma função de distribuição de probabilidade de Weibull de 3 parâmetros (**3PW**). Os parâmetros de Weibull (**J₀**, **J_{min}** e **b**) foram calculados a partir dos valores experimentais, seguindo a metodologia já descrita no método da regressão linear.

5.3 RESULTADOS

Os registros de carga vs. deslocamento do Polipropileno Homopolímero, PPH, foram não lineares e todos os corpos de prova fraturaram de forma instável, antes de alcançarem o platô de carga máxima, Figura 0.2. Os resultados de tenacidade à

fratura (J_C), neste caso, variaram entre 4 e 6 kJ/ m².

Os registros de carga vs. deslocamento para o PPH/POes também foram não lineares e a tenacidade à fratura (J_C) variou, neste caso, entre 8 e 40 kJ/m². O aumento na dispersão deveu-se ao aparecimento de diferentes modos de fratura. As Figuras 5.3, 5.4 e 5.5 mostram os registros de carga-deslocamento de três corpos de prova, retirados sequencialmente de uma mesma placa. Na Figura 0.3, observa-se que a instabilidade ocorreu no começo do platô de carga máxima, precedida por uma pequena quantidade de crescimento estável: 0,15 mm.

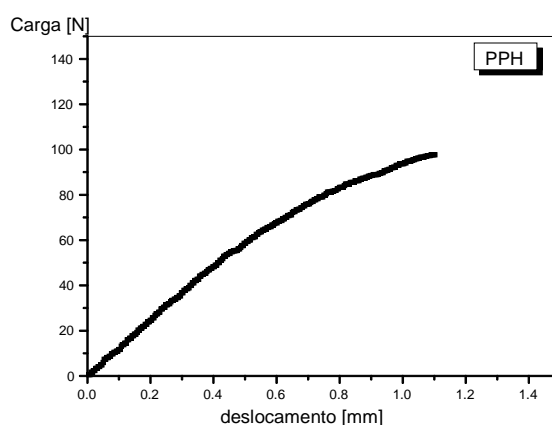


Figura 0.2 - Curva carga-deslocamento para PPH.

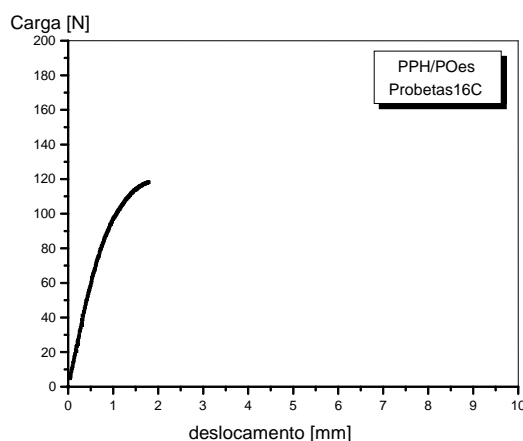


Figura 0.3 - Registro carga-deslocamento - Corpo de Prova 16 C

A Figura 0.4 mostra que a instabilidade ocorreu após o platô de carga máxima, assim como ocorreu crescimento estável de trinca de 0,85 mm.

Finalmente, a Figura 0.5 corresponde a um corpo de prova em que se mostrou um comportamento completamente dúctil, sem instabilidade durante o ensaio e com crescimento de trinca de 2,43 mm.

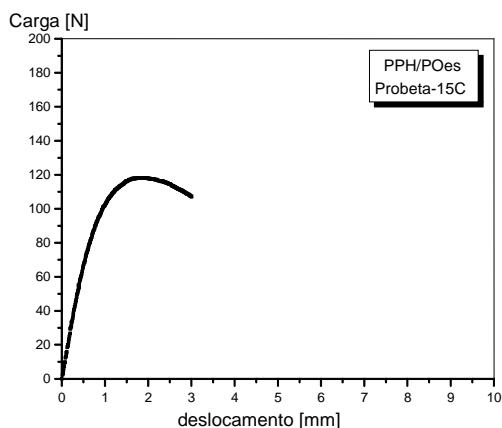


Figura 0.4 - Registro carga-deslocamento: Corpo de Prova 15 C

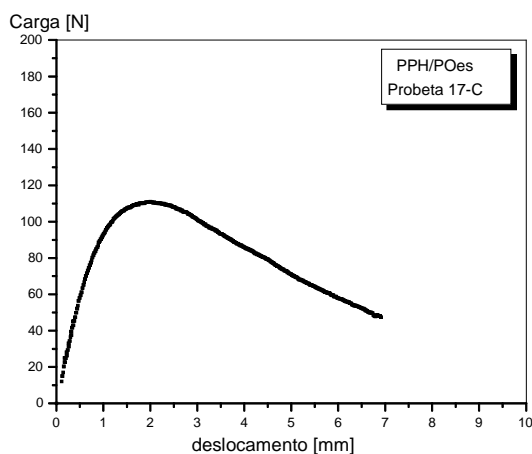


Figura 0.5 - Registro carga-deslocamento: Corpo de Prova 17 C

Conforme se vê na Figura 0.6, a função de distribuição de probabilidade acumulada teve um bom ajuste aos pontos experimentais obtidos para o PPH.

Para a mistura PPH/POes, a relação entre a função distribuição de probabilidade acumulada e os pontos experimentais foi satisfatória para valores de J_C inferiores a 16 kJ/m^2 . Para valores maiores, uma diferença significativa pode ser averiguada, Figura 0.7.

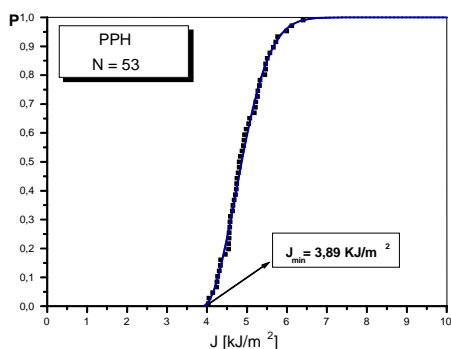


Figura 0.6 - Ajuste da função probabilidade acumulada aos pontos experimentais para o PPH.

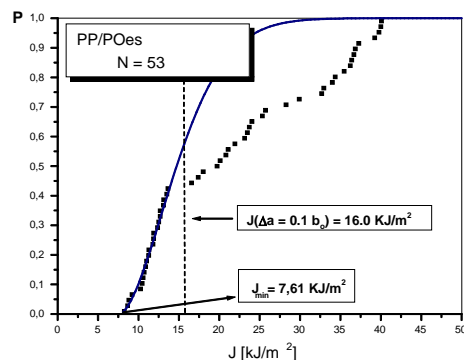


Figura 0.7 - Ajuste da função probabilidade acumulada aos pontos experimentais para o PPH/POES.

A função densidade de probabilidade, correspondente ao PPH, é presente na Figura 0.8-a, revela uma distribuição estreita e assimétrica com uma cauda que se estende para valores de alta probabilidade. No entanto, de forma contrária, e como esperada, a função distribuição de probabilidade para a mistura PPH/POes manifesta uma faixa mais ampla e assimétrica com uma cauda mais larga que vai na direção dos valores de alta probabilidade, Figura 0.8-b.

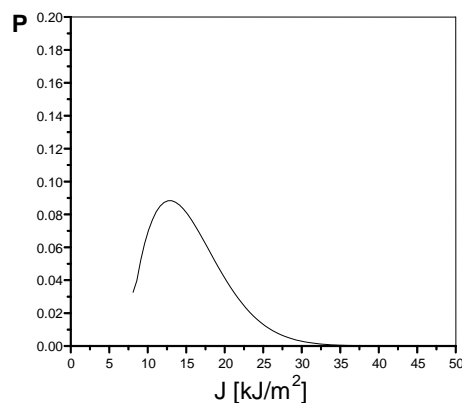
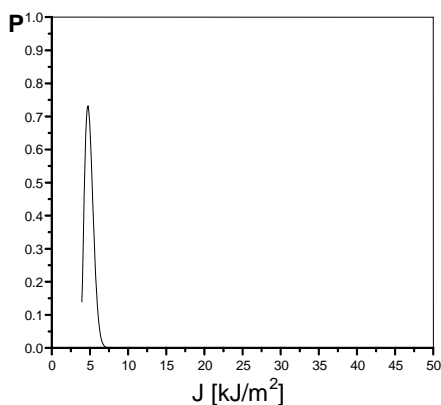


Figura 0.8 – a) Densidade de probabilidade para o PPH (à esquerda)
b) Densidade de probabilidade para o PPH/POEs (à direita)

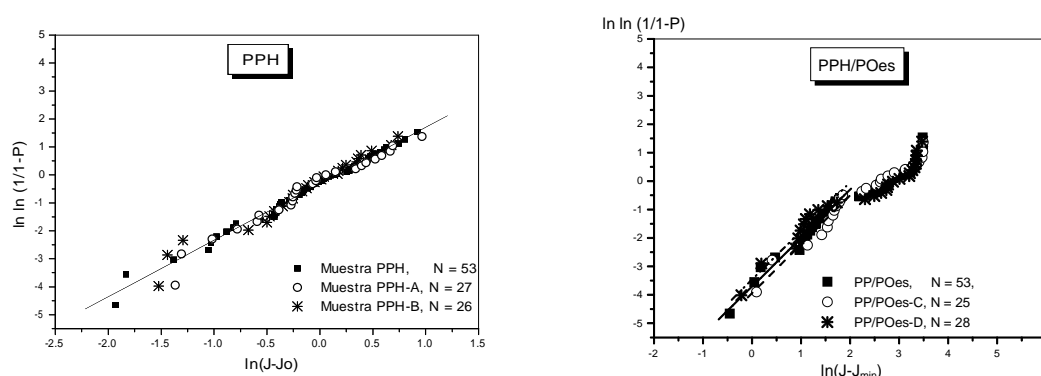


Figura 0.9 - a) Gráficos de Weibull para o PPH. b) Gráficos de Weibull para o PPH/POes.

Foi também estudada a redução de tamanho das amostras, para a qual foram colhidas aleatoriamente duas sub-amostras de cada material entre 25 e 28 corpos de prova. Estas amostras foram chamadas de PPH-A, PPH-B, PPH/POes-C e PPH/POes-D. As respectivas funções de probabilidade acumulada foram ajustadas, aplicando a mesma metodologia que nas amostras originais. As sub-amostras PPH-A e PPH-B são comparadas com a amostra original na Figura 0.9-a, enquanto que as sub-amostras PPH/POes-C e PPH/POes-D são conferidas com a amostra original de PPH/POes, na Figura 0.9-b.

As Tabela 0.2 e Tabela 0.3 exibem os valores dos parâmetros obtidos dos ajustes para as sub-amostras e amostras originais de PPH e mistura PPH/POes.

Tabela 0.2 - Parâmetros da função distribuição de probabilidade para o PPH.

Amostra	N	$J_{\min}[\text{kJ/m}^2]$	b	$J_0 [\text{kJ/m}^2]$	R^2
PP	53	3.89	2.018	5.061	0.994
PP-A	27	4	2.119	5.152	0.983
PP-B	26	3.78	2.038	4.963	0.981

Tabela 0.3 - Parâmetros da função distribuição de probabilidade para a mistura PPH/POes.

Amostra	N	$J_{\min}[\text{kJ/m}^2]$	b	$J_0[\text{kJ/m}^2]$	R^2
PP/POes	53	7.61	1.703	16.425	0.988
PP/POes-C	25	7.15	1.71	17.06	0.966
PP/POes-D	28	8.1	1.68	15.349	0.975

5.4 DISCUSSÃO SOBRE A DISPERSÃO DA DISTRIBUIÇÃO DE WEIBULL

Como visto nas Figuras 5.6 e 5.7, as distribuições dos pontos experimentais parecem tender a valores de tenacidade limite, $J_{\min} > 0$. Isto justifica o fato de usar uma função de distribuição como a de Weibull de três parâmetros, para modelar a dispersão dos valores de tenacidade, onde J_{\min} é o parâmetro limite. O modelo mostrou-se adequado para descrever o comportamento à fratura do PPH sobre toda a faixa de dispersão, Figura 0.6. Por outro lado, para a mistura PPH/POes os pontos experimentais superiores a 16 kJ/m^2 não puderam ser ajustados por regressão linear para qualquer valor de J_{\min} entre 0 e $J_{\text{CM}\min}$, Figura 0.7.

Segundo Landes e Shaffer (1980), o ponto de menor tenacidade à fratura ao longo da frente de trinca controla a fratura frágil. Assim, um corpo de prova fratura, quando atinge o valor do fator de intensidade de tensões crítico, neste ponto (o elo mais fraco ou *weak link*). De acordo com Heerens *et al.* (1983), o pico de tensões alcançará um volume maior de material em um corpo de prova com crescimento estável de trinca do que com uma trinca estacionária, aumentando a probabilidade de ocorrer fratura frágil. Há também uma redução na restrição às deformações (*constraint*), o que reduz as tensões de pico e, conseqüentemente, a probabilidade de fratura frágil. Estes dois fatores provocam alterações na função de probabilidade. Já que o interesse é obter um limite de tenacidade, geralmente se utilizam algumas estratégias para contornar esses efeitos. Essas estratégias envolvem o cálculo de probabilidade, levando em conta todos os dados, mas utilizando um critério de exclusão, ao ajustar os parâmetros da função distribuição. Heerens *et al.* (1993) propuseram duas possíveis opções para encontrar este limite, que chamaram de

linha de borda (*border line*): uma utiliza o valor convencional (ou de engenharia) de iniciação de J definido como $J_{0,2}$, para limitar os efeitos do crescimento estável, enquanto a outra, para evitar os efeitos da perda de restrição à deformação plástica no plano (*in-plane constraint effect*), sugere um valor máximo de $J_{m\acute{a}x.} = b_0\sigma_Y/\rho$, onde b_0 é o comprimento do ligamento remanescente e ρ uma constante igual a 50.

Dodds e Anderson (1991), também trabalhando com aços, propuseram um limite diferente sobre o valor de J_C . No regime de plasticidade em pequena escala (*Small Scale Yielding, SSY*), os valores de J , na região afastada, são coincidentes com os valores de J , na região próxima da frente da trinca. Eles afirmaram que devido às perdas de restrição no plano, a distribuição de tensões começa a se desviar da sua correspondente, no campo próximo à ponta da trinca, quando $J \geq b_0\sigma_{YS}/200$. Wallin (1984) propôs um limite menos severo para $J \geq b_0\sigma_{YS}/100$. Deve-se notar que esses limites foram propostos para metais. Na Tabela 0.4, são mostrados os limites de validade, geralmente usados em metais, e que foram aplicados nas amostras de PPH e PPH/POes.

Tabela 0.4 - Limites de correção.

Material	J_{Cmin} [kJ/m ²]	J limite [kJ/m ²]			
		$J_{0,2}$	$\sigma_{YS} b_0/50$	$\sigma_{YS} b_0/100$	$\sigma_{YS} b_0/200$
PPH	4,0	4,9	3,2	2,4	1,2
PPH/POes	8,0	10,1	4,8	1,6	0,8

Estes valores se mostraram severos demais, no caso dos polímeros estudados. Por exemplo, se como limite para a validade de J_C é utilizado o valor de J de engenharia ($J_{0,2}$), 40% dos dados para o PPH deveriam ser descartados, enquanto 90% dos valores deveriam ser descartados para a mistura PPH/POes. Os limites restantes resultaram ainda mais restritos que o limite $J_{0,2}$, e sua utilização deixaria de fora do ajuste 100% dos valores.

Sem dúvida, esses limites devem ser redefinidos para os polímeros. Para defini-los corretamente, torna-se necessário muito trabalho experimental e uma

análise exaustiva do campo de tensões e deformações, na região do vértice da trinca, sobre esses tipos de materiais.

No entanto, como uma primeira aproximação, os limites estabelecidos sobre **J** e o crescimento de trinca, **Δa**, para a construção da curva **J-R** na região de comportamento dúctil, poderiam ser empregados, neste caso. O protocolo de testes ESIS (1992) para a construção da curva **J-R** indica um limite de exclusão para **J**, onde o seu valor máximo admitido é $J_{\text{máx}} = \sigma_{\text{YS}} b_0/25$, o qual foi adotado dos metais, enquanto que a norma ASTM D6068 (2000) não impõe limite no valor máximo de **J**. Atualmente, não há entre os pesquisadores concordância para um valor limite de **J** para os polímeros. Grellmann *et al.* (2002) propuseram um $J_{\text{máx}} = \sigma_{\text{YS}} b_0/370$; enquanto que Frassine *et al.* propuseram, trabalhando com HDPE, um limite de **J** = $\sigma_{\text{YS}} b_0/250$.

As normas ESIS e ASTM, anteriormente citadas, também impõem uma restrição sobre o crescimento estável de trinca máximo, estabelecendo que os corpos de prova que apresentam um crescimento estável de trinca maior que 10% do comprimento inicial do ligamento remanescente, **b₀**, devem ser excluídos (**Δa** = 0,1 **b₀**). Além deste limite de exclusão, a integral **J** não descreve o campo de tensões e deformações na frente da trinca e a tenacidade não pode ser avaliada apropriadamente.

Devido à inexistência de um acordo geral sobre o cálculo do limite máximo de **J** e aos resultados demasiado conservadores dos valores propostos, não foi utilizado esse critério de limite. Em vez disso, foi usada a restrição sobre o valor máximo de crescimento estável de trinca, resultando em $\Delta a_{\text{Máx}} = 0,1 b_0 = 0,6$ mm para os ensaios realizados.

Todos os valores experimentais do PPH ficaram abaixo do limite adotado e, como discutido anteriormente, foram bem descritos pelo modelo estatístico de Weibull de três parâmetros (Figuras 5.6 e 5.9-a). No caso da mistura PPH/POes, houve boa concordância entre os pontos experimentais e o modelo **3P-W** para os valores de **J** inferiores a 16 KJ/m², (Figuras 5.7 e 5.9-b). Coincidentemente, todas os corpos de prova apresentaram crescimento estável de trinca inferiores a $\Delta a_{\text{Máx}}=0,6$ mm, enquanto que os corpos de prova descartados, com valores de **J** superiores a 16 KJ/m², mostraram crescimentos estáveis maiores. Logo, o modelo **3P-W** descreveu satisfatoriamente a distribuição de pontos experimentais até o valor

adotado como limite e foi possível obter valores do limiar de tenacidade para ambos os materiais, resultando em valores um pouco menores do que os mínimos obtidos experimentalmente. Portanto, considerar o valor de J correspondente a um crescimento estável de 10% do ligamento remanescente inicial como limite de validade foi apropriado para ambos os materiais. No entanto, para estender esta metodologia é necessário um programa experimental que inclua diferentes materiais, testados sob diferentes condições.

5.5 INTERPRETAÇÃO DA CURVA DE TRANSIÇÃO DÚCTIL-FRÁGIL PARA POLÍMEROS

Como já mencionado, não há atualmente muita tradição no estudo do comportamento da fratura na região dúctil-frágil de polímeros. Também não há definições claras sobre os diferentes modos de fratura, que muitas vezes geram confusões e contradições.

A seguir, será apresentado um resumo das definições, geralmente encontradas na literatura de polímeros. Em seguida, serão mencionados resultados dos testes de fratura, realizados sob diferentes condições de teste, dentro da região de transição dúctil-frágil. Finalmente, será aplicada a interpretação da curva de transição, de acordo com o comportamento observado nos materiais estudados e comparados às diferentes abordagens, usadas atualmente para polímeros.

5.5.1 Descrição do Comportamento de Transição Dúctil-Frágil de Polímeros.

Fernando e Williams (1980) dividiram a curva de transição em quatro regiões: frágil, dúctil-frágil, crescimento lento e dúctil. De acordo com elas, na região de comportamento dúctil-frágil, os registros são não lineares e observa-se uma deformação plástica considerável na ponta da trinca, mas a falha é frágil. Na região de crescimento lento, existe o crescimento estável da trinca, mas a fratura final é frágil. Figura 0.10.

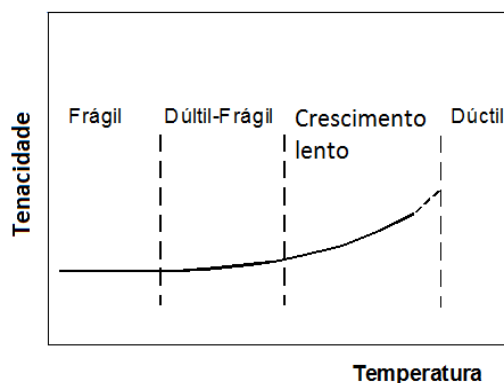


Figura 0.10 - Tenacidade em função da temperatura, de acordo com Fernando e Williams (1980).

Grellmann e Che (1997) reconhecem quatro categorias de comportamento: frágil, plasticidade em pequena escala, elasto-plástico instável e elasto-plástico estável. Para o comportamento de plasticidade em pequena escala, os registros de carga-deslocamento não são lineares e a fratura é instável. Em contrapartida, o comportamento elasto-plástico também não apresenta registros lineares, mas o crescimento de trinca estável/instável.

Vu-Khanh e De Charentenay (1995) definiram como comportamento semi-dútil, que ocorre quando a fratura frágil é precedida por crescimento estável de trinca; Fasce *et al.* (2002) utilizaram a mesma definição. Kudva *et al.* (2000) e Pressl *et al.* (2001) observaram um modo misto de fratura ao aplicarem o método de Trabalho Essencial de Fratura (EWF). Neste caso, modo misto se refere ao crescimento estável de trinca, antes da fratura instável.

Além disso, quando a instabilidade é precedida por um grande fluxo de plasticidade sem crescimento estável, alguns autores (Grensler *et al.*, 2000; Fasce *et al.*, 2002) denominaram de regime semi-frágil, enquanto outros (Major *et al.*, 1995 e Yu *et al.*, 2004) utilizaram o termo quase-frágil.

Notavelmente, nenhum desses autores fez referência ao terem observado diferentes modos de fratura para um mesmo material, sob as mesmas condições de ensaio (temperatura e taxa de deformação).

5.5.2 Ensaio em Condições de Referência ($v = 20\text{mm/min}$ e $T = 23^{\circ}\text{C}$)

Os registros de carga-deslocamento do PPH mostraram tendências não lineares (Figura 0.2-a), e todos os corpos de prova fraturaram de forma instável. Não

obstante, os valores de tenacidade expressos em termos de J_C apresentaram dispersão entre 4 kJ/m^2 e 6 kJ/m^2 .

Em contrapartida, a mistura PPH/POes registrou diferentes modos de falha e, em consequência disso, uma maior dispersão nos valores de tenacidade (entre 8 kJ/m^2 e 40 kJ/m^2). Alguns corpos de prova fraturaram de forma frágil, antes de alcançarem a carga máxima e com pequeno crescimento estável antes da fratura, outros superaram a carga máxima, antes da instabilidade frágil, assinalando crescimento estável previsto, e por último, alguns corpos de prova não apresentaram instabilidade frágil durante o ensaio, comportando-se de forma dúctil. Na Figura 0.3, observa-se que a instabilidade ocorreu antes de alcançar o platô de carga máxima. O crescimento instável de trinca foi precedido por uma pequena quantidade de crescimento estável de trinca (0.15 mm).

No registro de carga vs. deslocamento da Figura 0.4, observa-se que a instabilidade ocorreu logo ao transpassar o platô de carga máxima. O crescimento estável de trinca foi igual a $0,85 \text{ mm}$, como esperado, maior que no caso anterior. Finalmente, a Figura 0.5 corresponde a um corpo de prova que não demonstrou instabilidade durante o teste e cujo crescimento estável de trinca foi de $2,43 \text{ mm}$, no momento de parar o ensaio.

5.5.3 Ensaio Variando as Condições Relativas à Referência

Ao reduzir a temperatura a -30°C , o PPH alterou seu comportamento, os registros de carga-deslocamento foram lineares e apresentaram baixa dispersão nos valores de tenacidade ($1,5 \text{ kJ/m}^2 \pm 0,26$). Em todos os casos, a fratura foi totalmente frágil, sem crescimento estável.

Os mesmos resultados foram obtidos, quando realizados os ensaios de impacto a temperatura ambiente, $v = 6 \times 10^4 \text{ mm/min}$. O valor de tenacidade em termos de J foi um pouco mais baixo que a -30°C e $v = 20 \text{ mm/min}$, $J_C = 1,1 \text{ KJ/m}^2$.

Para a mistura PPH/POes, a -30°C e 20 mm/min , os registros de carga-deslocamento não foram lineares, mas todos os corpos de prova falharam de forma instável. Alguns fraturaram antes de atingirem o patamar de carga máxima e outros, após atingirem esse patamar, sendo que, em todos os casos, houve crescimento estável de trinca anterior à instabilidade. A dispersão dos valores de tenacidade foi

significativamente menor do que nas condições de referência, entre 2,5 kJ/m² e 7,0 kJ/m².

Em condições de impacto a temperatura ambiente, a mistura PPH/POes não sinalizou registros de carga-deslocamento lineares, mas, diferentemente dos ensaios realizados a -30°C e $v = 20$ mm/min, todos os corpos de prova fraturaram antes de alcançarem o patamar de carga máxima. A instabilidade frágil foi precedida pelo crescimento estável de trinca, embora este fosse de menor extensão que nos casos anteriores. A dispersão nos valores de tenacidade também foi menor (2,5 kJ/m² a 5 kJ/m²).

A quantidade de testes a alta velocidade de ensaio 6×10^4 mm/min e baixa temperatura -30°C, conseguiram impedir o crescimento estável de trinca precedente a instabilidade frágil.

Os registros de carga-deslocamento sem linearidade são atribuídos ao desenvolvimento de uma grande zona plástica na ponta da trinca. Os valores de tenacidade variaram entre 2 kJ/m² e 4 kJ/m².

Ao reduzir a temperatura de ensaio de impacto a -60°C, não foram observadas variações no comportamento, em relação aos testes realizados a -30°C, e a dispersão dos valores de tenacidade permaneceu na mesma ordem de grandeza.

5.5.4 Proposta de Interpretação da Transição em Polímeros

A seguir, aplica-se a interpretação da curva de transição em metais no comportamento observado, passando a se verificarem algumas peculiaridades, Figura 0.11.

Como no caso dos aços, existem cinco regiões.

$(T, V) < (T_1, V_1)$ (Região I): a fratura instável ocorrerá sem o crescimento estável da trinca.

$(T_1, V_1) < (T, V) < (T_2, V_2)$ (Região II): haverá alguns corpos de prova que serão fraturados de forma instável, sem crescimento estável, e outros que apresentarão um pequeno crescimento de trinca, antes de fraturarem de forma frágil.

$(T_2, V_2) < (T, V) < (T_3, V_3)$ (Região III): todos os corpos de prova apresentarão fratura instável, antes de alcançarem o patamar de carga máxima, com previsão de

crescimento estável de trinca

$(T_3, V_3) < (T, V) < (T_4, V_4)$ (Região IV): a fratura instável ocorrerá em alguns corpos de prova, antes de alcançarem o patamar de carga máxima, em outros, logo após passarem o patamar e algumas amostras terão um comportamento completamente dúctil.

$(T, V) > (T_4, V_4)$ (Região V): não terá fratura instável para nenhum corpo de prova.

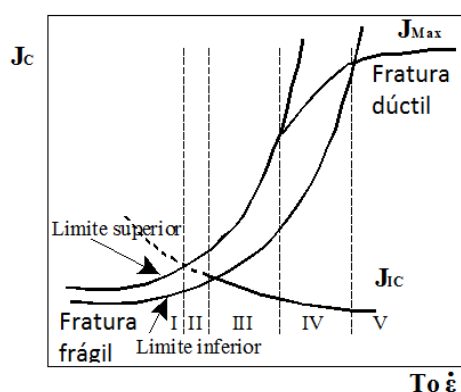


Figura 0.11 - Interpretação da curva de transição dúctil-frágil para polímeros.

Com base nos ensaios de referência, a mistura PPH/POes desenvolveu uma variedade de modos de fratura que não puderam ser descritos em plena conformidade, segundo as definições dadas por outros autores e descritas acima. De acordo com estas definições, o comportamento observado para a mistura PPH/POes de referência estaria dentro das regiões de crescimento lento, elasto-plástico instável, semi-dúctil e de alta transição. No entanto, é mais apropriado dizer que o comportamento à fratura, sob as condições de teste, encontra-se dentro da Região IV da curva de transição, esboçada na Figura 0.11. Seguindo esta linha, o PPH apresentou um comportamento correspondente à Região III.

Ao reduzir a temperatura para -30°C , o PPH teve um deslocamento para a Região I de comportamento frágil e os mesmos resultados foram obtidos para velocidades de impacto. Entretanto a mistura PPH/POes a -30°C se deslocou da Região IV para a fronteira limite com a Região III. Em termos de impacto a temperatura ambiente, o comportamento do PPH/POes sofreu uma clara mudança para a Região III. Para condições extremamente baixas de temperaturas e alta

velocidade de ensaio, ocorre o impedimento do crescimento estável da trinca, ainda que seja observado um desenvolvimento da zona plástica na ponta da trinca e esse comportamento corresponde à Região I no limite com a Região II.

A diferença que geralmente se observa na curva de transição para aços é o crescimento estável de trinca, dado pela curva J_{Ic} , interceptando as curvas de fratura frágil J_c , praticamente no início da região de transição. Em consequência disto, a Região I se torna muito pequena, assim como a II, enquanto que a Região III é ampliada.

Ao analisar as diversas interpretações do comportamento de fratura na região de transição para polímeros e metais, existem certas semelhanças e certas diferenças. A região denominada dúctil-frágil por Fernando e Williams (1980) e de plasticidade em pequena escala, segundo Grellmann e Che (1997), correspondem à baixa transição, definida por Landes e McCabe (1982), enquanto que as regiões de crescimento lento e elasto-plástico instável correspondem à chamada “alta – transição”. As definições de semi-dúctil (Vu-Kanh e De Charenteneay, 1985 e Fasce *et al.*, 2002) e modo misto (Kudva *et al.*, 2000 e Presley *et al.*, 2001) também são coincidentes como o comportamento de alta transição, descrito por Landes e McCabe (2002). Embora as definições de semi-frágil (Kudva *et al.*, 2000 e Grensler *et al.*, 2000) e quase-frágil (Major *et al.*, 1995 e Yu *et al.*, 2004) corresponderiam à região de “baixa transição”.

Em comparação com a interpretação da curva de transição proposta, as definições das regiões de crescimento lento, elasto-plástico instável, semi-dúctil, modo misto e de alta transição incluem as Regiões III e IV da Figura 0.11, enquanto que as definições de comportamento semi-frágil e comportamento dúctil-frágil correspondem à Região II da curva de transição proposta.

A partir do comportamento observado e da análise acima, surge uma concorrência evidente entre os modos de fratura frágil e dúctil, levando a uma variedade de modos possíveis, dentro da região de transição dúctil-frágil. A interpretação da curva de transição proposta permite fazer uma descrição clara dos diferentes modos de falha, exibidos pelos materiais estudados. No entanto, para validar esta interpretação da curva de transição, outros polímeros devem ser estudados em uma ampla faixa de temperaturas e taxas de deformação.

5.6 RESUMO DA SEÇÃO

- Verificou-se que diferentes mecanismos podem acontecer nas mesmas condições de teste.
- Foi implementada uma metodologia para caracterizar a tenacidade à fratura na região de transição dúctil-frágil do PPH e da mistura PPH/POes.
- Foi realizada uma análise comparativa da metodologia proposta com outras desenvolvidas para polímeros.
- Foi adaptada a interpretação da curva de transição dúctil-frágil, de acordo como o comportamento observado nos materiais estudados.

6 CONCLUSÃO

Nesta tese, foram apresentadas contribuições, realizadas sobre diferentes aspectos da transição dúctil-frágil de materiais metálicos e polímeros. Os objetivos propostos foram alcançados e foram obtidas as seguintes conclusões:

- a) Da análise das equivalências entre as funções de Weibull para descrever a dispersão da tenacidade de materiais na transição dúctil-frágil:
- Foi mostrado que, quando valores de J_c , distribuídos de acordo com uma função $3P-W(J)$, são transformados em seus valores equivalentes K_{Jc} , estes resultados convertidos não se distribuem como uma função $3P-W(K)$ com parâmetros de escala e limite equivalentes, e vice-versa. No entanto, estes valores equivalentes de K_{Jc} podem ser aproximados com uma função $3P-W(K)$, e vice-versa.
 - Foi proposto que o parâmetro de forma ou inclinação de Weibull, em termos de K , pode ser aproximado através da relação $b_{KAp} = \xi b_J$ ($1 < \xi < 2$), onde ξ depende de K_0 e K_{min} . Os valores limite e de escala são transformados, utilizando a relação conhecida entre J e K .
 - Para o caso particular de $K_{min} = 0$ ($2P-W$) $\xi = 2$ e as distribuições acima mencionadas são equivalentes, como era de se esperar.
- b) Estudo da coexistência de diferentes mecanismos com o intuito de propor regiões na curva de transição e a validade do modelo *weakest link*, principalmente a temperaturas próximas ao *upper shelf* e para diferentes tamanhos dos corpos de prova. Validação com dados experimentais, obtidos de ensaios de aços ferríticos:
- Foi apresentada uma reinterpretação da curva de transição dúctil-frágil, introduzindo sub-regiões em função dos mecanismos envolvidos.
 - Ela permite -em aços ferríticos- contornar os desvios entre os resultados experimentais e as predições baseadas no tradicional critério *weakest link*.
 - Próxima ao início do *upper shelf*, a dispersão diminui, quando a temperatura

aumenta e também quando o tamanho dos corpos de prova diminui, como consequência de muitos corpos de prova alcançarem o patamar de carga máxima.

- Foi introduzida também uma interpretação à evidência experimental de que o limite da região de transição e o *upper shelf* são dependentes do tamanho.
- As análises foram verificadas com resultados experimentais de um programa cooperativo europeu da ESIS. Os resultados experimentais suportam as análises realizadas.

c) Polímeros termoplásticos modificados com borracha. Ocorrência de diferentes mecanismos, nas mesmas condições de teste, e reinterpretção da curva de transição.

- Foi proposto e verificado que diferentes mecanismos podem acontecer nas mesmas condições de teste.
- Foi adaptada a interpretação da curva de transição dúctil-frágil, de acordo como o comportamento observado nos materiais estudados.
- Foi proposta uma metodologia, baseada em análise estatística de Weibull de três parâmetros, para caracterizar a tenacidade à fratura na região de transição dúctil-frágil do PPH e a mistura PPH/POes. Ela inclui:
- A proposta de um critério de censura de dados de alta tenacidade que não seguem uma distribuição de Weibull.
- Uma análise do número mínimo de corpos de prova para obter um valor limite inferior de tenacidade confiável.
- Foi mostrado que a metodologia proposta descreve melhor os resultados experimentais que as outras desenvolvidas para polímeros.

REFERÊNCIAS

- ANDERSON, T.L.; STIENSTRA, D.; DODDS, R.H. **A Theoretical Framework for Addressing Fracture in the Ductile-Brittle Transition Region**. ASTM STP 1207, p. 186-214, 1994.
- ANDERSON, T.L. **Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications**, CRC Press, 2nd ed., 1995.
- ASME. **ASME Boiler and Pressure Code**. Sections XI and III, 1993.
- ASTM D6068-96. **Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials**. Annual Book of ASTM Standards, v. 08.03, 1996.
- ASTM D6068. **Standard Test Method for Determining J-R Curves of Plastic Materials**. Annual Book of ASTM Standards, v. 08.03, 2002.
- ASTM E 399. **Standard Test Method for Plane-Strain Fracture Toughness of Metallic Materials**. Annual Book of ASTM Standards, v. 03.01, 2008.
- ASTM. E 1820. **Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness**. Annual Book of ASTM Standards, v. 03.01, 2005.
- ASTM E 1921. **Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in The Transition Range**. Annual Book of ASTM Standards, v. 03.01, 1997.
- ASTM E 1921. **Standard Test Method for Determination of Reference Temperature, T_0 , for Ferritic Steels in the Transition Range**, Annual Book of ASTM Standards, v. 03.01, 2002.
- BEGLEY, J.A.; LANDES, J.D. **The J Integral as a Fracture Criterion**. ASTM STP 514, p. 2-23, 1972.
- BEREJNOI, C. **Incidencia del Fenómeno Pop-in en La Tenacidad a La Fractura de Uniones Soldadas**. Tesis Doctoral. Argentina, U N de la Plata, 2001.
- BS 5762. **Methods for Crack Opening Displacement (COD) Testing**. British Standard Institution, 1979.
- BS 7448 - Part 1. **Fracture Mechanics Toughness Test**. Part 1: Method for Determination of K_{IC} , Critical CTOD and Critical J Values of Metallic Materials. British Standards Institution, 1991.
- CHAPETTI, M.D. **Mecánica de Materiales Teoría de Elasticidad, Plasticidad y Mecánica de Fractura**. Ediciones al Margen, 1 ed., La Plata, 2005.
- COCCO, R.G. ; FRONTINI, P.M. ; PEREZ IPIÑA, J.E. **Threshold Toughness of Polymers in The Ductile to Brittle Transition Region by Different Approaches**. Engng Fracture Mech,74, p. 1561-1578, 2007.

DAWES, M. G. **Developments in Fracture Mechanics I**. Apld Sci Pub. Ltd., p. 20-24. London, 1979.

DODDS, R.H.; ANDERSON, T.L.; KIRK, M.T. **A Framework to Correlate a/W Ratio Effects on Elastic-Plastic Fracture Toughness (J_C)**. Int. J Fracture, v. 48, p. 1-22, 1991.

ERICKSONKIRK, Marjorie.; ERICKSONKIRK, Mark. **The relationship between the transition and upper-shelf fracture toughness of ferritic steels**. Fatigue Fract Engng Mater Struct, v. 29, p. 672–684, 2006.

ESIS. **A Testing Protocol: For Conducting J-Crack Growth Resistance Curve Tests on Plastics**. ESIS Technical Committee 4: Polymers and Composites, 1992.

FACSE, L.A.; FRONTINI, P.M. **Assessment of Impact Toughness of PP-Elastomeric Polyolefine Blends**. J Macromolecular Science Part. B- Physics, v. B41, p. 1231–1248, 2002.

FASCE, L.A. **Comportamiento Mecánico de Polipropileno Modificado con una Poliolefina Elastomérica**. Tesis de Doctorado. Universidad Nacional de Mar del Plata, 2002.

FERNANDO, P.L.; WILLIAMS, J. G. **Plane Stress and Plane Strain Fractures in Polypropylene**. Polymer Engineering and Science, v. 20, p. 215–220, 1980.

FRASSINE, R.; RINK, M.; PAVAN, A. **Size Effects in The Fracture of a Pipe-Grade High Density Polyethylene**. Fatigue Fract Engng Mater Struct, v. 20, p. 1217–1223, 1997.

FRONTINI, P.M.; FAVE, A. **The Effect of Annealing Temperature on The Fracture Performance of Isotactic Polypropylene**. J Materials Science, v. 30, p. 2446–2454, 1995.

GREIN, C.; KAUSCH, H. H.; BEGUELIN, P. H. **Characterization of Toughened Polymers by LEFM Using an Experimental Determination of The Plastic Zone Correction**. Polymer Testing, v. 22, p. 733–746, 2003.

GRELLMANN, W.; CHE, M. **Assessment of temperature dependent fracture behavior with different fracture mechanics concepts on examples of unoriented and cold-rolled polypropylene**. J Appl Polym Sci. v. 66, p. 1237–1249, 1997.

GRELLMANN, W.; LANCH, R.; SEIDLER, S. **Determination of Geometry-Independent Fracture Mechanics Values of Polymers, From Charpy to Present**. Impact Testing, p. 145-153, 2002.

GRENSLER. R.; PLUMMER, C. J. G.; GREIN, C.; KAUSCH, H. H. **Influence of Loading Rate on The Fracture Resistance of Isotactic Polypropylene and Impact Modified Isotactic Polypropylene**. Polymer, v. 41, p. 3675-3681, 2000.

HEERENS, J.; ZERBST, U.; SCHWALBE, K-H. **Strategy for Characterizing Fracture Toughness in The Ductile to Brittle Transition Regime**. Fatigue Fract Engng Mater Struct 16(11): p. 1213-1230, 1993.

- HEERENS, J.; HELLMAN, D. **Development of the Euro Fracture Toughness Dataset.** Engng Fracture Mech, v. 69, p. 421-449, 2002.
- HEERENS, J.; PFUFF, M.; HELLMANN, D.; ZERBST, U. **The Lower Bound Toughness Procedure Applied to the Euro Fracture Toughness Dataset.** Engng Fracture Mech, v. 69, p. 483-495, 2002.
- IWADATE, T.; TANAKA, Y.; ONO, S.; WATANABE, J. **An Analysis of Elastic-Plastic Fracture Toughness Behavior for J_{IC} Measurement in the Transition Region,** ASTM STP 803, II- 531, II- 561, 1983.
- IWADATE, T.; YOKOBORI, T. **Evaluation of Elastic-Plastic Fracture Toughness Testing in The Transition Region Through Japanese Interlaboratory Tests.** ASTM STP 1207, p. 233-263, 1994.
- KOZÁK, V.; VLÈEK, L. **The Weibull Stress Parameters Calibration upon The Toughness Scaling Model between Cracks Having Different Constraint.** Nuclear Engng and Design, v. 235, p. 1889-1896, 2005.
- KUDVA, R. A.; KESKKULA, H.; PAUL, D. R. **Fracture Behavior of Nylon 6/ABS Blends Compatibilized with an Imidized Acrylic Polymer.** Polymer, v. 41, p. 335-349, 2000.
- LANDES, J.D.; SHAFFER, D. H. **Statistical Characterization of Fracture in the Transition Region.** ASTM STP 700, p. 368-382, 1980.
- LANDES, J.D.; MC CABE, D. E. **The Effect of Section Size on The Transition Behavior of Structural Steels.** Scientific Paper de Westinghouse R&D Center, 1982.
- LANDES, J. D.; HEERENS, J.; SCHWALBE, K. H.; PETROVSKI, B. **Size, Thickness and Geometry Effects on Transition Fracture.** Fatigue Fract Engng Mater Struct, v. 16(11): p. 1135-1146, 1993
- LANDES, J. D. **A Two Criteria Statistical Model for Transition Fracture Toughness.** Fatigue Fract Engng Mater Struct, v. 16 (11), p. 1161-1174, 1993.
- LANDES, J. D.; ZERBST, U.; HEERENS, J. **Single-Specimen Test Analysis to Determine Lower-Bound Toughness in the Transition.** ASTM STP 1207, p. 171-185, 1994.
- LARRAINZAR, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **La Función de Weibull.** Cuaderno 001-2006 Facultad de Ingeniería, UN Comahue. Neuquén, Argentina, 2006.
- MAJOR Z, LANG, R. W. **Loading Rate Effects on the Ductile-Brittle Transition in Polypropylene,** Mech. of Time Dep. Mat, 11-13. Ljubljana, p. 304-309, 1995.
- MC CABE, D. E. **A Comparison of Weibull and β_{IC} Analyses of Transition Range Data.** ASTM STP 1189, p. 80-94, 1993.
- MC CABE, D.E.; ZERBST, U.; HEERENS, J. **Development of Test Practice Requirements for a Standard Method on Fracture Toughness Testing in the Transition Range.** Document GKSS 93/E/81, GKSS-Forschungszentrum Geesthacht GMBH, 1993.

MC CABE, D. E.; MERKLE, J. G.; NANSTAD, R. K. **A Perspective on Transition Temperature and K_{Jc} Data Characterization, Fracture Mechanics.** v. 24, STP 1207, p. 215-232, 1994.

MIGLIN, M.; OBERJOHN, L.; VAN DER SLUYS, W. **Analysis of Results from The MPC/JSPS Round Robin Testing Program in The Ductile-to-Brittle Transition Region.** ASTM STP 1207, p. 342-354, 1994.

MONTGOMERY, D. C.; RUNGER, G. C. **Probabilidad y Estadística Aplicada a La Ingeniería.** McGraw - Hill, 1 ed., 1996.

NEVILLE, D.; KNOTT, J. **Statistical Distributions of Toughness and Fracture Stress for Homogeneous and Inhomogeneous Materials.** J Mech Phys Solids, v. 34(3), p. 243-291, 1986.

NEVILLE, D. **A new Statistical Distribution Function for Fracture Toughness.** Proc. R. Soc. London, A410, p. 421-442, 1987.

PARIS, P. C.; TADA, H.; ZAHOR, A.; ERNST, H. **The Theory of Instability of The Tearing Mode of Elastic-Plastic Crack Growth.** ASTM-STP 668, p. 5-36, 1979.

PELLINI, W. S. **Design Options for Selection of Fracture Control Procedures in the Modernization of Codes, Rules and Standards.** Proc US-Japan Symposium on Application of Pressure Components Codes. Tokyo, 1973.

PEREZ IPIÑA, J. E.; CENTURION, S. M. C.; ASTA, E. P. **Minimum Number of Specimens to Characterize Fracture Toughness in the Ductile-to-Brittle Transition Region.** Engng Fracture Mech 47(3): p. 457-463, 1994.

PEREZ IPIÑA, J. E. **Mecánica de Fractura.** Editorial Alsina, Buenos Aires, 2004. ISBN 950-533-124-9.

PEREZ IPIÑA, J. E.; YAWNY, A. A. **In Situ Observation of Damage Evolution and Fracture Toughness Measurement by SEM.** In Damage Prognosis Inman et al. Eds. Ch. 3, p. 60-86. J. Wiley, 2005. ISBN 0 470 86907 0.

PEREZ IPIÑA, J. E. **Transición Dúctil-Frágil de Aceros Ferríticos.** Algunos Aspectos Todavía Abiertos. Revista Asociación Argentina de Materiales - SAM, v. 3, 2007.

PLAIT, A. **The Weibull Distribution.** Industrial Quality Control, p. 17-26, 1962.

PRESSLY, T. G.; KESSKULA, H.; PAUL, D. R. **Temperature Dependence of Fracture Behavior of Nylon 6/ABS Blends.** Polymer, v. 42, p. 3043-3055, 2001.

RICE JR (1968). A Path Independent Integral and the Approximate Analysis of Strain Concentration by Notches and Cracks. **J Applied Mech**, 55(E2), 379-386.

RUGGIERI, C.; GAO, X.; DODDS, R. **Transferability of Elastic-Plastic Fracture Toughness Using The Weibull Stress Approach: Significance of Parameter Calibration.** Engng Fracture Mech, v. 67, p. 101-117, 2000.

VU-KHANH, T. ; DE CHARENTENEAY, F. X. **Mechanics and Mechanisms of Impact Fracture in Semi-Ductile Polymers**. Polymer Engng and Science, v. 25, p. 841-850, 1985.

WALLIN, K. **The Scatter in K_{IC} Results**. Engng Fracture Mech, v. 19(6), p. 1085-1093, 1984

WALLIN, K. **The Size Effect in K_{IC} Results**, Engng Fracture Mech, v. 22(1), p. 149-163, 1985.

WALLIN, K. **The Effect of Ligament Size on Cleavage Fracture Toughness**. Engng Fracture Mech, v. 32, p. 449-457, 1989.

WALLIN, K. **The Effect of Ductile Tearing on Cleavage Fracture Probability in Fracture Toughness Testing**. Engng Fracture Mech, v. 32(4), p. 523-531, 1989.

WALLIN, K. **Fracture Toughness Testing in The Ductile-Brittle Transition Region**, Proc. 7th Int Conf on Fracture (ICF7), p. 267-276, 1989.

WALLIN, K. **A Simple Theoretical Charpy V- K_{IC} Correlation for Irradiation Embrittlement**, ASME Pressure Vessels and Piping Conf, Innovative Approaches to Irradiation Damage and Fracture Analysis. PVP, v. 170, ASME, 1989.

WALLIN, K. **Recommendations for Application of Fracture Toughness Data for Structural Integrity Analysis**. Proc. CSN/IAEA Specialists Meeting. Oak Ridge, Tenn, 1992.

WALLIN, K. **Statistical Aspects of Constraint with Emphasis on Testing and Analysis of Laboratory Specimens in the Transition Region, Constraint Effects in Fracture**. ASTM STP 1171, p. 264-288, 1993.

WALLIN, K. **Master Curve Analysis of The "Euro" Fracture Toughness Dataset**. Engng Fracture Mech, v. 69:4, p. 451-481, 2002.

WEIBULL, W. **A Statistical Distribution Function of Wide Applicability**. J Applied Mech, p. 293-297, 1951.

YU, J.; SUMMERS, J.; HILTNER, A.; BAER, E. **Quasi-Brittle Transition in Impact-Modified PVC**. J Vinyl and Additive Technology, v. 10, p. 11-16, 2004.

ZERBST, U.; HEERENS, J.; SCHWALBE, K-H. **Estimation of Lower Bound Fracture Resistance of Pressure Vessel Steel in The Transition Regime**. Fatigue Fract Engng Mater Struct, 16(11): p. 1147-1160, 1993.

APÊNDICE I

a) Pós-Graduados Orientados pelo Autor Relacionados com o Tema da Tese

BEREJNOI, Carlos. *Incidencia del Fenómeno Pop-in en La Tenacidad a La Fractura de Uniones Soldadas*. 137 f.; Tesis de Doctorado en Ingeniería, Universidad Nacional de La Plata, 2001.

COCCO, Roxana. *Tenacidad a La Fractura en Región de Transición Dúctil-Frágil de Polímeros*. 121 f. Tesis de Doctorado en Ciencia de Materiales, Universidad Nacional de Mar del Plata, 2007.

LARRAINZAR, César. *Aspectos Básicos de Transición Dúctil-Frágil*. Disertación de Maestría en Ingeniería, UNS, 2010.

b) Publicações do Autor Relacionadas com o Tema da Tese

1. Livros e Capítulos de Livros

PEREZ IPIÑA, J. E. *Mecánica de Fractura*. Librería y Editorial Alsina. Buenos Aires. ISBN 950-533-124-9, 2004.

PEREZ IPIÑA, J. E.; YAWNY, A. A. Chapter 3: *In Situ Observation of Damage Evolution and Fracture Toughness Measurement*. En PASI Damage Prognosis, J. Wiley & Sons. D. Inman, C. Farrar, V. Lopes Jr., V. Steffen Jr. Ed. ISBN 0 470 86907 0, 2005.

2. Publicações em Revistas

BERTOLLINO, G; MEYER, G, PEREZ IPIÑA, J. E. *Effects of Hydrogen Content and Temperature on Fracture Toughness of Zircaloy-4*. Journal of Nuclear Materials, **320**, 272-279, 2003.

BEREJNOI, C ; PEREZ IPIÑA, J. E. *Evaluation of Some Methods for Lower Bound Determination in The Transition Region of Ferritic Steels*. Latin American Applied Research **34**:241-248, 2004.

COCCO, R. G. ; FRONTINI, P. M. ; PEREZ IPIÑA, J. E. *Fracture Toughness of Polymers in The Ductile-To-Brittle Transition Region: Statistical Approach and*

Lower Bound Determination. Journal of Polymers Science-B-Polymer Physics, **43**, 3674-3684, 2005.

COCCO, R. G.; FRONTINI, P. M.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Threshold Toughness of Polymers in The Ductile To Brittle Transition Region by Different Approaches.** Engineering Fracture Mechanics **74**:1561-1578, 2007.

LARRAINZAR, C.; BEREJNOI, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Comparison of 3P-Weibull Parameters Based on J_C and K_{JC} Values.** Fatigue Fracture Engng Mat Struct. Early view. doi: 10.1111/j.1460-2695.2010.01533.x, 2010

PEREZ IPIÑA, J. E.; CENTURION, S. M.; ASTA, E. P. **Minimum Specimen Number for Fracture Toughness Characterization in Ductile-To- Brittle Transition Region.** Engineering Fracture Mechanics **47**(3), 457-463, 1994.

PEREZ IPIÑA, J. E. **Transición Dúctil-Frágil de Aceros Ferríticos.** Algunos Aspectos Todavía Abiertos. Revista Sam **4**(2):1-11. Trabajo invitado, 2008.

PEREZ IPIÑA, J. E. **Comportamiento a La Fractura en La Region Límite Entre La Transición y El Upper Shelf de Aceros Ferríticos.** Mecánica Computacional **28**:1375-1387. ISSN 1666-6070, 2008.

PEREZ IPIÑA, J. E.; BEREJNOI, C. **Size Effects in The Competition Between Cleavage and The Beginning of The Upper Shelf in Ferritic Steels.** Fatigue and Fracture of Engineering Materials and Structures **33**:195-208. ISSN: 6756-758X, 2010.

3. Conferências

PEREZ IPIÑA, J. E. **Transición Dúctil-Frágil de Aceros: Algunos Aspectos Todavía Abiertos.** Keynote Jornadas SAM CONAMET 2007. San Nicolás, 2007.

PEREZ IPIÑA, J. E. **Comportamiento a La Fractura en La Región Límite entre La Transición y El Upper Shelf de Aceros Ferríticos.** Keynote ENIEF 08, San Luis, 2008.

4. Apresentações em Congressos

APREA, J. L.; BERTOLINO, G. M.; PEREZ IPIÑA, J. E.; MEYER, G. **Test Loop for Hydrogen Embrittlement Studies of Steel.** Paper 5.1-2 Proc. XII World Hydrogen Energy Conference. 21-25 Junio 1998. Buenos Aires. Vol III, pp 1833-1841, 1988.

ASTA, E.; PEREZ IPIÑA, J. E.; ZALAZAR, M. **Tenacidad a La Fractura en Barras de Acero Dureza Natural.** Jornadas Metalúrgicas 1988. SAM, La Plata, 1988.

BEREJNOI, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Análisis de Diferentes Metodologías para La Obtención del Valor Mínimo de Tenacidad (Lower Bound) en La Zona de Transición Dúctil-Frágil.** Anales Jornadas SAM 97, pp285-288, Tandil, 1997.

BERTOLINO, G.; MEYER, G.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Fracture Toughness Degradation of Zircaloy-4 by Hydrogen Embrittlement.** Presentado como Poster en 13^o International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry, pp 98-99, Con edición de Actas, Annecy, Francia, 10-14 Junio, 2001.

BEREJNOI, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Ductile to Brittle Transition of Ferritic Steels: Comparison of Different Methods for a Lower Bound Determination.** Presentación en Poster. 3rd Brazilian MRS Meeting. Foz do Iguazú, 10- 13 de octubre, 2004.

COCCO, R. G.; FRONTINI, P. M.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Tenacidad a La Fractura de Polímeros Semicristalinos en La Región de Transición Dúctil-Frágil.** Proc. Jornadas Sam/ Conamet/ Simposio Materia 2003, pp 643-646, S. C. Bariloche, 2003.

COCCO, R. G.; FRONTINI, P. M.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Assessment of Fracture Toughness Method in Ductile-To-Brittle Transition Region of Polymers.** International Conference of Fracture, Turín, Italia, , Proc XI ICF 5445. 20-25 março, 2005.

COCCO, R. G.; FRONTINI, P. M.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Aspectos Macroscópicos del Comportamiento a La Fractura en La Región de Transición Dúctil-Frágil de PPH y Mezcla PP/POes al 20%.** Congreso SAM CONAMET 2005, Mar del Plata, 2005.

KITTL, P.; et al. **The Statistics of The Mechanical Properties in The ASTM A516 Steel.** Proc. Fourth Pan-American Congress of Applied Mechanics PACAM IV, Vol I:202-207, Buenos Aires, 1995.

LARRAINZAR, C.; BEREJNOI, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Transformaciones de Valores J_C en K_{Jc} Usando La Función de Weibull.** II Jornadas Regionales de Ciencia y Tecnología de las Facultades de Ingeniería del NOA. 1, p. 1-7, 2006.

LARRAINZAR, C.; BEREJNOI, C.; PEREZ IPIÑA, J. E. **Validación Experimental de La Relación Existente entre Los Parámetros de Las Distribuciones 3P-Weibull Basadas en Valores J_C y K_{Jc} .** III Jornadas Regionales de Ciencia y Tecnología de las Facultades de Ingeniería del NOA. SS Jujuy, Noviembre, 2010.

PEREZ IPIÑA, J. E.; TOLOY, H. L. **Propiedades Fractomecánicas a Bajas Temperaturas del Acero Aldur.** Proc. COBEM 83, pp19-23. Uberlândia, Brasil, 1983.

PEREZ IPIÑA, J. E.; ASTA, E.; TOLOY, H. L. **Tenacidad a La Fractura en La Región de Transición Dúctil-Frágil**. Proc. COBEM 85, pp849-852. São Jose dos Campos, Brasil, 1985.

PEREZ IPIÑA, J. E.; ASTA, E.; TOLOY, H. L. **Función Estadística de Weibull en Tres Parámetros Aplicada a Resultados de Ensayos de Tenacidad a La Fractura Elastoplástica en La Región de Transición Dúctil-Frágil**. Segundo Coloquio Latinoamericano en Mecánica y Micromecanismos de Fractura. Santiago de Chile, 20- 24 outubro, 1986.

PEREZ IPIÑA, J. E.; ASTA, E. P.; DIAMANTE, G. **Cantidad Mínima de Probetas para Caracterizar La Tenacidad a La Fractura en La Región de Transición Dúctil-Frágil**. Proc. Jornadas Metalúrgicas 1991 de la SAM y II Congreso ALAMET., pp157-160, Buenos Aires, 6-10 maio,1991.