MILTON DOMINGOS MICHÉL

EFEITO DA TEMPERATURA EM PROPRIEDADES MECÂNICAS DE VIDROS E FRACTOGRAFIA DE TRINCAS GERADAS POR PONTA VICKERS

Dissertação apresentada ao curso de Pós-Graduação em Física da UFPR — Universidade Federal do Paraná, como requisito para a obtenção do grau de Mestre em Ciências.

Orientador: Prof. Dr. Carlos M. Lepienski Co-Orientador: Prof. Dr. Francisco C. Serbena



Universidade Federal do Paraná Pós-Graduação em Física Caixa Postal 19081 81531-990 Curitiba-PR Fax: 041 - 267 4236 Telefone: 041 361 3096 E-mail: iah@física.ufpr.br

ATA DA DEFESA DE TESE DE MESTRADO DE MILTON DOMINGOS MICHEL

TÍTULO DA TESE: **"EFEITO DA TEMPERATURA EM PROPRIEDADES MECÂNICAS DE** VIDROS E FRACTOGRAFIA DE TRINCAS GERADAS POR PONTA VICKERS"

Em sessão pública de Defesa de Tese, iniciada às quatorze horas e trinta minutos, nesta data, após um Seminário sobre o assunto da Tese e arguição pela Banca, esta decidiu atribuir Conceito \underline{A}_{-} .

Curitiba, 02 de julho de 1998

Banca Examinadora:

Prof. Francisco Carlos Serbena Presidente/Co-Orientador

ofa. Maria Angéla Loyola de Oliveira

UFES

Profa. Neide Kazue Kur omoto **DF/UFPR**

Este trabalho eu dedico à minha mãe, Cecília.

AGRADECIMENTOS

- À Universidade Estadual de Ponta Grossa, em especial ao C.A. por concederme esta oportunidade.

 Aos professores Dr. José Manoel dos Reis Neto e Dra. Eleonora M.G.
Vasconcellos do Dept^o. de Geologia da UFPR, por gentilmente ter cedido o laboratório de Petrologia e Mineralogia para obtenção de imagens.

 - Ao meu amigo Bacharel Ricardo Meucci, pela imensa ajuda dada na construção do microdurômetro utilizado neste trabalho.

- Ao meu amigo Mestre Antônio Marcos Batista, por me auxiliar em momentos difícil desta jornada.

- Ao corpo docente do curso de pós-graduação da Física-UFPR, por conduzirem o ensino com dedicação.

-À minha amiga Bernardete Jede, por ter contribuído na elaboração da dissertação.

- A todos os funcionários desta instituição que colaboraram para a realização deste trabalho.

 - Aos professores Dr. Carlos M. Lepienski desta instituição e Dr. Francisco C.
Serbena da Universidade Estadual de Ponta Grossa, por me orientarem com dedicação.

- À Seção de Hialotécnica da UFPr (Departamento de química) por sempre ter-me cedido gentilmente o equipamento utilizado para fazer tratamento térmico.

iii

SUMÁRIO

CAPÍTULO I	1
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO II	3
REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	3
2.1 VIDROS	6
2.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS	6
2.2.1 Conceito de Dureza.	7
2.2.1.1 Teste Brinell, (HB)	7
2.2.1.2 Teste Rockwell (HR)	8
2.2.1.3 Teste Knoop, (HK)	9
2.2.1.4 Teste Vickers, Hv	9
2.3 FRATURA	10
2.3.1 Fratura Dúctil	11
2.3.2 Fratura Frágil	11
2.4 O CONCEITO DE GRIFFITH	12
2.4.1 Concentrador de Tensão	13
2.4.2 Balanço de Energia de Griffith: Equilíbrio da fratura	
14	
2.5 ASPECTOS DA PROPAGAÇÃO DA TRINCA	17
2.5.1 Inicio das Trincas: defeitos	17
2.5.2 Nucleação de Trincas em Microcontatos	18
2.5.2.1 Defeitos por Microcontatos	18
2.5.3 TIPOS DE TRINCAS E SUA MORFOLOGIA	19
2.5.3.1 Penetrador Esférico	21
2.5.3.2 Penetrador Piramidal	22
2.5.4 Propagação das Trincas	24
2.5.4.1 Modos de Propagação da Trinca	24
2.6 EFEITO QUIMIOMECÂNICO	25
2.6.1 Reação na Ponta da Trinca em Vidros.	25
2.7 CAMPO DE TENSÕES DO CONTATO	26

2.7.1 Campo de Boussinesq	26
2.7.2 Modelo de uma Semi-Esfera Expansiva	29
2.8 TENÁCIDADE APLICADA ÀS TRINCAS POR PENETRAÇÃO	31
2.8.1 Fator Intensificador de Tensão Produzido Pela Penetração	31
2.8.2 Componentes Elástica e Residual: O Fator H/E	33
2.8.3 Medida da Tenacidade Utilizando as Trincas Radiais	34
2.9 SEQUÊNCIA DO SURGIMENTO DAS TRINCAS NUM CICLO DE PENETRAÇÃO:	
CARREGAMENTO E DESCARREGAMENTO.	35
2.10 MODELO PARA AVALIAR A SEQUÊNCIA DA FORMAÇÃO DAS TRINCAS	38
CAPÍTULO III	43
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	43
3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	43
3.2 O MICRODURÔMETRO	44
3.3 OBSERVAÇÕES DAS TRINCAS	46
3.4 EFEITO QUÍMICO DO AMBIENTE	47
3.5 GERAÇÃO DE TRINCAS POR PENETRAÇÃO	48
3.6 PARÂMETRO DO MATERIAL f(E/H)	49
CAPÍTULO IV	51
RESULTADOS OBTIDOS	51
4.1. EFEITO QUIMIOMECÂNICO	51
4.2. VARIAÇÃO DA DUREZA, MÓDULO ELÁSTICO, (E/H)1/2 E f(E/H) EM FUNÇÃO	
DA TEMPERATURA	55
4.2.1 Dureza Vickers em Função da Temperatura	56
4.2.2 Módulo Elástico, (E)	57
4.2.3. Parâmetros, (E/H)1/2 e f(E/H)	58
4.3 EFEITOS DA TEMPERATURA EM VIDRO ALCALINO	60
4.3.1 Comprimento da Trinca Radial	60
4.3.2 Fator Geométrico	61
4.3.3 Tenacidade à Fratura do Vidro Alcalino	63
4.4 EFEITO DA TEMPERATURA NO VIDRO DE SÍLICA	65
4.4.1 Comprimento da Trinca Radial	65

v

4.4.2 Fator Geométrico	68
4.4.3 Tenacidade à Fratura em Vidro de Sílica	70
4.5 MORFOLOGIA DAS TRINCAS PRODUZIDAS POR PENETRAÇÃO	73
4.5.1 Descrição Básica	73
4.5.2 Morfologia das Trincas: Vidro Alcalino	74
4.5.2.1 Início das Trincas	76
4.6 EFEITO DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA	77
4.6.1 Vidro Comercial Alcalino em 200ºC	77
4.6.2 Vidro Comercial Alcalino em 400ºC	79
4.7 MORFOLOGIA DAS TRINCAS: VIDRO DE SÍLICA	82
4.8 EFEITO DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA	86
4.8.1 Vidro de Sílica em 200ºC	86
4.8.2 Vidro de Sílica em 400°C	88
4.8.3 Novos Experimentos	89
CAPÍTULO V	93
5.0 DISCUSSÃO	93
5.1 Efeitos da Influência da Umidade em Trincas	93
5.2 Tenacidade à Fratura	94
5.3 Efeito da Temperatura na Morfologia	98
5.3.1 Vidro Comercial Alcalino	98
5.3.2 Vidro de Sílica	100
CAPÍTULO VI	106
CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS	106
6.1 Conclusões	106
6.2 Sugestões para Trabalhos Futuros	108
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	109

RESUMO

Este trabalho tem por objetivo investigar o efeito da temperatura na dureza, no padrão de trincas formado e na determinação da tenacidade à fratura do vidro alcalino e vidro de sílica medidas através da técnica de penetração de uma ponta piramidal Vickers na superfície do vidro. Os testes foram realizados utilizando cargas de 5 à 40N em temperaturas variando da ambiente à 400°C. Os efeitos quimiomecânicos causados pela água foram minimizados utilizando óleo silicone sobre a superfície do vidro.

Os padrões de trincas formado ao redor da penetração e no interior do material foi observado por microscopia ótica e eletrônica de varredura. Foram analisadas as trincas radiais primárias e secundárias, trincas laterais, medianas e cônicas quanto a sua morfologia. A medida da tenacidade à fratura, calculada a partir do comprimento das trincas radiais na superfície geradas após penetração da ponta de diamante, é fortemente influenciada pelo aumento da temperatura, indicando uma modificação no campo de tensões em torno da impressão pelo aumento da temperatura. Em testes realizados com cargas de até 5N à 400°C em vidro de sílica ocorre a supressão de trincas radiais. Penetrações realizadas nos vidros em alta temperatura revelam também a supressão de algumas trincas radiais nos cantos da impressão, devido ao aumento da carga crítica necessária para nucleação desse tipo de trinca.

vii

ABSTRACT

The purpose of this work is to investigate the effect of the temperature on hardness, on crack patterns and fracture toughness of both soda-lime-silicate and fused silica glasses, by indentation technique using an indenter Vickers. Indentations tests were performed with loads from 5N to 40N in temperatures varying from room temperature to 400°C. The quimiomechanic effect associated with water on the glass surface was minimized by covering the surface with silicone oil.

The crack patterns produced by indentations technique on samples surface were observed with both optical microscope and scanning electron microscope (SEM). The effect of the indentation temperature on the morphology of radial, conical, median, half-penny and lateral cracks was analyzed.

The fracture toughness calculated from the length of the radial cracks on the indented surface strongly suggest that the temperature determines their values by changing the stress field around the impression. The tests performed in the fused silica glass with loads lower than 5N at 400°C, showed absence of cone cracks, and raising of the length of the radial cracks. Indentations in soda-limeglass at high temperature showed a suppression of radial cracks at some impression corners, indicating an increase in the threshold load to nucleated the cracks.

viii

CAPÍTULO I

INTRODUÇÃO

Diferentes propriedades mecânicas de superfície podem ser determinadas através de testes de penetração de pontas duras na superfície dos materiais. Dentre essas propriedades mecânicas destaca-se a dureza. Em materiais frágeis o contato da ponta com a superfície do material produz um padrão de trincas que varia com a forma do penetrador e com as propriedades do material. A partir da medida do comprimento das trincas geradas junto a impressão, podem ser obtidas propriedades dos materiais como a tenacidade à fratura.

Neste trabalho foi verificado a influência da temperatura nas propriedades mecânicas e na morfologia das trincas geradas em vidro pela penetração de um penetrador piramidal de diamante do tipo Vickers.

Os padrões de trincas geradas por penetração em materiais frágeis são dependentes da razão entre o módulo de Young (E) e a dureza (H) de cada material. Com a elevação da temperatura pode-se variar esta razão. Para os vidros o módulo de Young sofre pequena variação com o aumento da temperatura, enquanto que, a dureza diminui significativamente.

O objetivo deste trabalho foi analisar os padrões de trincas geradas em diferentes temperaturas para o vidro alcalino e vidro de sílica, correspondentes a diferentes valores do parâmetro (E/H). Foram utilizados dois tipos de vidros, o vidro alcalino e o vidro de sílica, pois apresentam diferentes comportamentos em razão do vidro de sílica possuir um comportamento anômalo por apresentar densificação sob a região de contato com a ponta do penetrador. Por esse comportamento as trincas formadas em vidro de sílica apresentam um padrão diferenciado em relação ao vidro alcalino.

Para a realização das penetrações em alta temperatura foi construído um microdurômetro descrito no capítulo III. Os resultados obtidos são apresentados no capítulo IV.

Dentre os resultados obtidos destaca-se a mudança do padrão de trincas no vidro de sílica, obtidos nas penetrações realizadas com cargas de 5N e em alta temperatura e há uma evidência de que, com o aumento de temperatura, o padrão de trincas passa de um regime onde a dependência do comprimento da trinca (c) é proporcional a carga aplicada ($P^{2/3}$), isto é; $c \propto P^{2/3}$, para outro, obedecendo uma relação onde c \propto P.

Estes e outros resultados obtidos são discutidos no capítulo V.

CAPÍTULO II

REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Em vidros, geralmente, as fraturas ocorrem por falhas na superfície produzidas por contatos com materiais mais duros durante a fabricação ou durante o uso.

Do ponto de vista histórico, o problema da Fratura da Indentação teve seu início no século passado, quando Hertz, em 1881, motivado pela questão do significado físico da dureza, analisou os contatos elásticos entre dois corpos curvos e, subsequentemente, descreveu qualitativamente uma trinca em forma de cone que surge ao redor do penetrador, seguida por uma propagação cônica da trinca para dentro do material [1]. Para os contatos elásticos, as trincas observadas por Hertz são chamadas de trincas cônicas Hertzianas ou cones de Hertz, mesmo guando o indentador não é esférico. As trincas precursoras formadas ao redor do contato são chamadas de trincas circulares. Em 1891, Auerbach estabeleceu empiricamente uma relação linear entre o raio da esfera penetradora, r e a carga crítica, P_c necessária para iniciar uma trinca cônica, tal que $P_c \propto r$: esta relação é conhecida como lei de Auerbach. Por 75 anos, esta lei permaneceu como sendo um dos maiores paradoxos na teoria da fratura. A noção de que a fratura deveria iniciar guando justamente um máximo de tensão de tração no campo de tensão de Hertz seria idêntica a resistência do volume do material implica numa relação alternativa, $P_c \propto r^2$. O comportamento empírico de

formação da trinca cônica foi estudado posteriormente em 1.960, com efeitos de superfície polida, ambiente, geometria do penetrador e carga de contato, caracterizando o estágio inicial e de crescimento da trinca circular e da cônica [2]. Em 1.967 FranK & Lawn [3], determinaram tais trincamentos sobre as bases da mecânica da fratura e estabeleceram os princípios de início e crescimento da trinca cônica.

As técnicas de penetração são utilizadas na simulação de danos oriundos através do contato de micro-partículas em superfícies frágeis, produzindo basicamente os mesmos efeitos. O contato permanente dessas micro-partículas pode causar remoção da superfície, resultando em erosão e desgaste. Com isso, outra questão é utilizar esses resultados como uma base para estudos de danos em superfície causados por desgastes.

A geração de micro-trincas em materiais frágeis é uma área de grande importância que ainda está em desenvolvimento, não havendo consenso a respeito dos modelos que devem ser empregados. Neste trabalho analisamos um dos melhores modelos proposto por Cook e Pharr [2], onde o parâmetro do material f(E/H) é uma variável dentro do modelo usada para prever uma possível sequência de geração de trincas.

A fratura padrão gerada por eventos de contatos de pequena escala está fortemente relacionada ao comportamento mecânico geral de cerâmicas, onde os campos de tensão elástico/plástico, gerados por penetradores pontiagudos, governam o desenvolvimento das trincas; tenacidade K_c, dureza H, e módulo elástico E são os parâmetros básicos do material na mecânica da fratura [4].

Num sistema de penetrador pontiagudo, embora a geometria das microfraturas seja muito variável devido à região de deformação sob o penetrador, um padrão de trincas pode ser obtido apresentando trincas radiais, medianas e laterais [2,4-7]. As trincas geradas num ciclo de penetração dependem do material, meio ambiente, temperatura, geometria do penetrador e da carga de contato; um estudo apresentado por Keulen & Dissel [8], sobre penetrações em vidros alcalinos feitas em ambiente inerte (sem urridade) e em água com a temperatura variando entre 20°C e 80°C, demonstrou que o ambiente e a mudança de temperatura influenciam fortemente no comportamento inicial e na estrutura da trinca sob um penetrador Vickers. O conhecimento de um sistema particular de trincas pode ser medido considerando três aspectos de seu comportamento: a) sua morfologia; b) o ponto inicial de surgimento da trinca no ciclo de contato (sequência do carregamento-descarregamento); c) seu tamanho como função da carga de contato.

Trincas por penetrações têm sido extensivamente estudadas nas duas últimas décadas como uma poderosa ferramenta na análise dos processos de fratura e propriedades mecânicas de materiais frágeis. O contato de um penetrador pontiagudo na superfície de um material causa uma deformação irreversível e esta conduz a uma impressão residual da qual a medida da dureza pode ser obtida.

Outra característica distinta de um teste de penetração padrão em materiais frágeis é o aparecimento das trincas radiais que emanam dos cantos da impressão da qual obtêm-se informações quantitativas sobre a fratura [10,11].

2.1 VIDROS

Os vidros formam-se a partir de líquidos super resfriados; são tidos como sólidos amorfos (que possuem ordem somente em pequenas distâncias) e exibem o fenômeno de transição vítrea [12,13]. São um grupo que pertencem a família dos materiais cerâmicos: suas aplicações típicas atuais são na fabricação de recipientes, janelas, lentes, fibras óticas entre outras. Um típico vidro comercial alcalino contém aproximadamente 71% de SiO₂. A tab.I contém a composição de alguns vidros comerciais[7].

Principais componentes, %						
Tipos	SiO ₂	Na ₂ O	CaO	Al_2O_3	B_2O_3	Outros
Sílica Fundida	99.5				· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
96% Sílica (Vycor)	96.0				4.0	
Borosilicato(Pirex)	79.0	5.0		2.0	13.0	
Vidro alcalino	71.0	13.8	10.0	0.7		4.0 MgO
Fibra de Vidro	55.0		16.0	15.0	10.0	4.0 MgO

abela I- Composição	(%)	de alguns vidros	comerciais	[14,16	5].
---------------------	-----	------------------	------------	--------	-----

2.2 PROPRIEDADES MECÂNICAS

Uma das maneiras para se investigar as propriedades mecânicas de materiais é fazendo um teste de penetração no material desejado. Neste teste um

penetrador pontiagudo (geralmente diamante) é pressionado para dentro da superfície plana de um material com uma carga pré-determinada, causando uma deformação irreversível e esta conduz a uma impressão residual da qual o valor da propriedade mecânica dureza pode ser obtido. Outra valor que pode ser obtido num teste de penetração feita em materiais frágeis, através do aparecimento de trincas radiais que emanam dos cantos da impressão, é o da tenacidade à fratura [11,13].

2.2.1 Conceito de Dureza.

A propriedade mecânica dureza é utilizada na especificação de materiais. O conceito não tem uma definição absoluta, entretanto é citado como sendo uma medida da resistência à deformação [10]. Existem várias técnicas utilizadas na determinação da dureza.

2.2.1.1 Teste Brinell, (H_B)

Num teste de dureza Brinell o penetrador possue a forma esférica de acordo com a fig.2.1.

(a) Vista de lado

(b) Vista de cima



Fig.2.1. Forma da indentação num teste de Dureza Brinell. Esfera de aço ou carbeto de tungstênio.(a)vista de lado; (b)vista de cima.

A esfera (de aço ou carbeto de tungstênio) possui um diâmentro de 10mm e a carga padrão utilizada no teste de indentação varia entre 500 e 3000 kg em aumentos de 500 kg; durante o teste a carga é mantida constante durante um intervalo de tempo entre 10 e 30s [14]. O valor da dureza Brinell pode ser obtido da eq. 2.1:

(2.1)

$$H_B = \frac{2P}{\prod D \left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$$

onde D e d são o diâmetro da esfera e da impressão respectivamente, dados em metros(m), e P é a carga aplicada, dada em Newtons(N) [15].

2.2.1.2 Teste Rockwell (H_R)

Para obtenção da dureza neste teste é utilizado um penetrador de forma cônica e padronizado (fig.2.2).



Fig.2.2. Forma do penetrador utilizado no teste de Dureza Rockwell(diamante).(a) vista de lado; (b) vista de cima.

A medida da dureza é obtida através da profundidade de penetração. Existem várias escalas de Dureza Rockwell aplicáveis, cada uma, a determinados grupos de materiais [16].

2.2.1.3 Teste Knoop, (H_κ)

Esta técnica utiliza um penetrador de diamante de forma geométrica piramidal. As cargas aplicadas são menores do que as cargas utilizadas nas técnicas Brinell e Rockwell, variando entre 1 e 1000g aproximadamente. A fig.2.3 mostra a forma geométrica do penetrador utilizado, a impressão e a relação entre as diagonais da impressão [17].



Fig.2.3. (a) Forma geométrica do penetrador utilizado na técnica Knoop; (b)impressão Knoop e (c)relação entre as diagonais da impressão.

O valor da dureza é obtido através da eq.2.2, descrita abaixo:

$$H_k = \frac{14, 2.P}{l^2}$$
(2.2)

onde P é a carga aplicada dada em Newtons(N) e I é a medida da diagonal maior dada em metros(m).

2.2.1.4 Teste Vickers, H_v

Neste trabalho utilizamos o teste de dureza por penetração para obtenção da Dureza Vickers (H_V). O penetrador (de diamante) tem forma geométrica piramidal de base quadrada e possui quatro faces, sendo que um ângulo de 136⁰

é formado entre as faces opostas do penetrador, fig.2.4.



Fig.2.4. (a) Formato do penetrador Vickers, mostrando ângulo de 136⁰ entre as faces opostas. (b) Impressão residual da indentação, com suas diagonais.

A forma da impressão é um losango regular e através da média do comprimento das suas diagonais é obtido o valor da Dureza Vickers(H_v), como escrito na expressão 2.3.

$$H_V = \frac{P}{A} = 1.8544 \frac{P}{d^2}$$
(2.3)

A é a área projetada do contato, d é o comprimento médio das diagonais da impressão, em metros(fig.2.4 (b)) e P é a carga máxima utilizada no teste dada em Newtons(N) [17].

2.3 FRATURA

Fratura é a separação de um corpo em duas ou mais partes em resposta a uma tensão aplicada, podendo ter características dúcteis ou frágeis [18].

2.3.1 Fratura Dúctil

A fratura dúctil ocorre após uma longa deformação plástica e com alta absorção de energia antes de fraturar. O processo da fratura normalmente ocorre em vários estágios como é mostrado na figura 2.5 [18].



Fig.2.5 Representação dos estágios da fratura dúctil.a formação do pescoço; b) formação de pequenas cavidades; c) coalescência das cavidades para formar a trinca; d) propagação da trinca; (e) fratura de cisalhamento final [14]

Fig.2.6 Representação de uma fratura frágil [14].

2.3.2 Fratura Frágil

A fratura frágil é produzida com pouca ou nenhuma deformação plástica. Ocorre uma propagação rápida da trinca, basicamente perpendicular à direção da tensão aplicada, produzindo uma superfície de fratura relativamente plana como está mostrada na figura 2.6 [18].

2.4 O CONCEITO DE GRIFFITH

A maioria dos materiais demonstram uma tendência de fraturarem guando tensionados além de uma tensão crítica característica de cada material e microestrutura. Esta característica foi muito investigada no século dezenove por engenheiros e, para eles, isso deu uma impressão razoável para supor que a resistência à fratura é uma propriedade do material. Após isso, ficou estabelecido por um longo período que as respostas à tensão dos materiais dentro do limite elástico poderiam ser especificadas completamente em termos de constantes elásticas características. Então surgiu a premissa da existência de uma tensão crítica ideal e esta produziu as bases para a primeira teoria da fratura. Entretanto, a validade da tese de uma tensão crítica aplicada tornou-se suspeita pelos fracassos estruturais acumulados. A resistência à fratura de um dado material não era, em geral, altamente reproduzível, flutuando nos materiais mais frágeis em até uma ordem de magnitude. As mudanças nas condições dos testes na temperatura, ambiente químico, taxa de carregamento, resultaram ainda em maiores variações da resistência. Além do mais, diferentes tipos de materiais apresentam fraturas em diferentes modos: vidros comportam-se elasticamente até um ponto crítico e fraturam sob a ação de uma componente de tensão de tração, enquanto que muitos metais sólidos deformam-se plasticamente antes de se romperem sob cisalhamento. A teoria existente era incapaz de avaliar as disparidades apresentadas no comportamento da fratura. Analisando os acontecimentos que poderiam ocorrer dentro dos limites de um sólido carregado criticamente, surgiram perguntas como por exemplo: as tensões aplicadas estão sendo transmitidas para regiões internas onde ocorre a fratura? Qual é a verdadeira natureza da mecânica da fratura? As respostas para tais perguntas foram a chave para o conhecimento do fenômeno da fratura. Considerando uma trinca isolada num sólido sujeito a uma tensão aplicada, A.A. Griffith, em 1920, formulou um critério para a extensão de uma trinca a partir dos princípios fundamentais da termodinâmica e da mecânica clássica [19].

2.4.1 Concentrador de Tensão

Inglis (1913), analisou uma cavidade elíptica numa placa tensionada uniformemente. Ele observou em sua análise que a tensão na ponta de um entalhe é várias vezes maior do que a tensão aplicada na placa. Isto tornou aparente que falhas, mesmo sendo sub-microscópicas, são tidas como fontes que enfraquecem os sólidos. Inglis, através da eq. 2.4, produziu o primeiro passo real em direção à mecânica da fratura. O caso limite de uma cavidade elíptica infinitesimalmente estreita pode ser considerada como representando uma trinca [19].

Considerando na fig.2.7 uma placa contendo uma cavidade elíptica de semi-eixos b,c, sujeita a uma tensão aplicada uniformemente ao longo do eixo y, a tensão σ_c na ponta da trinca é dada pela eq.2.4.

$$\frac{\sigma_c}{\sigma_a} \approx \frac{2c}{b} = 2\sqrt{\frac{c}{\rho}}$$
(2.4)

onde σ_c é a tensão na ponta da trinca, σ_a é a tensão aplicada externamente, ρ é o raio de curvatura da ponta da trinca e c é o semi-eixo da cavidade eliptica. A razão entre as tensões na equação (2.4) é chamada fator concentrador de tensão.

Tensão aplicada, σ_a



Fig. 2.7. Placa contendo uma cavidade elíptica de semi-eixos b,c, sujeita a uma tensão uniforme aplica, σ_a . C é a extremidade da cavidade.

2.4.2 Balanço de Energia de Griffith: Equilíbrio da fratura

A idéia de Griffith foi modelar uma trinca estática como sendo um sistema termodinâmico reversível. Os elementos do sistema estão definidos na fig. 2.8, onde um corpo elástico B contendo uma trinca plana de superfície S de comprimento c é sujeito a uma carga aplicada nos pontos externos A.



Fig.2.8. Sistema estático de trinca plana mostrando um aumento do comprimento da trinca c, sem interrupção, dc; B, corpo elástico; S, superfície da trinca; A, carga externa aplicada.

Griffith buscou uma configuração que minimizasse a energia livre do sistema. A energia associada com a formação da trinca pode ser separada em termos da energia mecânica (U_M) e da energia de superfície (U_S). A energia mecânica consiste na soma de dois termos: a energia potencial de deformação armazenada no meio elástico U_E e a energia potencial do sistema de aplicação da carga externa U_A . O termo U_S é a energia livre gasta na criação de uma nova superfície da trinca. Por essa razão, pode-se escrever:

$$U = U_M + U_S \tag{2.5}$$

O equilíbrio termodinâmico é alcançado por meio de um balanço dos termos da energia mecânica e de energia de superfície durante uma virtual extensão da trinca, dc (fig.2.8). A energia mecânica diminuirá com a extensão da trinca ($dU_M/dc < 0$) enquanto que a energia de superfície aumentará com a extensão da trinca; desse modo as forças coesivas de atração molecular através da extensão dc devem ser superadas durante a criação de uma nova superfície

da fratura ($dU_s/dc > 0$). Desta maneira o primeiro termo da eq.2.5 favorece a extensão da trinca, enquanto que o segundo termo se opõe a ela. O conceito de balanço de energia de Griffith é dado através de uma exigência de equilíbrio dado pela eq.2.6 [19].

$$\frac{dU}{dc} = 0 \tag{2.6}$$

No gráfico da fig.2.9 é mostrada a energia total (U) como função do comprimento da trinca, c. A energia total é máxima para um comprimento c crítico. Neste estágio de comprimento crítico a trinca torna-se instável e tende a crescer; consequentemente, quando a trinca crescer a energia total (U) é reduzida.



Comprimento da trinca, c

Fig.2.9 Variação de energia de superfície (U_s) , energia de deformação (U_m) , e energia total (U), com o comprimento da trinca.

2.5 ASPECTOS DA PROPAGAÇÃO DA TRINCA

O estudo de Griffith identifica dois estágios distintos da evolução das trincas: inicio e propagação.

2.5.1 Início das Trincas: defeitos

Nas décadas seguintes à 1920, houve uma preocupação dos pesquisadores em pesquisar as falhas de Griffith em vidros silicatos. Mas a observação de tais falhas por algum meio direto tornou-se ilusória, pois a dimensão característica de uma falha em vidros e em outros sólidos covalentesiônicos homogêneos têm uma variação em torno de 1µm e, usualmente ocorrem na superfície. Mais recentemente, com o advento moderno das cerâmicas policristalinas heterogêneas, as falhas microestruturais produzidas na sua fabricação possuem dimensões que variam de poucas centenas de nanometros até algumas centenas de microns e ocorrem tanto na superfície quanto dentro (no volume do material). A noção de falhas em sólidos frágeis é aquela de instabilidade ilimitada numa tensão crítica aplicada, do mesmo modo daquela considerada por Griffith. Entretanto, crescimentos de trincas surgindo de falhas podem ser estabilizadas por meio de campos internos, implicando um desvio significante de instabilidade ideal de Griffith. Defeitos microscópicos podem crescer estavelmente até atingir um ponto de instabilidade sob condições especiais de tensão aplicada, por exemplo, cargas cíclicas. A resistência mecânica pode ser profundamente afetada em diferentes estágios durante a evolução destes defeitos [20].

2.5.2 Nucleação de Trincas em Microcontatos

Superfícies de sólidos frágeis homogêneos podem conter defeitos oriundos da preparação mecânica. Mais prejudiciais, entretanto, são os defeitos provenientes de contato do tipo Hertzianos e de contatos elasto-plásticos causados pela exposição das superfícies ao contato com partículas de quartzo e com outras partículas de poeira duras existente na natureza [20].

2.5.2.1 Defeitos por Microcontatos

Considere o microcontato de uma pequena partícula numa superfície frágil. A fig.2.10 indica um modelo prático iniciando com um contato elástico Hertziano idealizado, prosseguindo para um modelo de impacto mais complexo de configuração deslizante, até um exemplo extremo de uma partícula pontiaguda transladando.

A carga necessária estimada para causar defeitos por microcontatos numa superfície frágil é da ordem de 1N [20]. Mesmo que esta carga de contato estimada seja de magnitude maior do que o peso de algumas partículas de poeira de quartzo, ela pode ser alcançada se: a partícula colidir em uma superfície com alta velocidade (fig.2.10(b)); houver um contato deslizante entre a partícula de poeira e a superfície atingida (fig.2.10(c)), ou ainda se o corpo deslizar sobre uma

superfície de outro com algumas partículas de poeira. Os defeitos por microcontatos mais graves são aqueles envolvendo partículas pontiagudas (fig.2.10(d)).



Fig.2.10. Modelos de danos por contato: (a) partícula esférica estática com raio r e carga P(Hertz); (b) esfera colidindo, numa velocidade normal v ; (c) esfera deslizando, com força tangencial μ P; (d) partícula irregular

2.5.3 TIPOS DE TRINCAS E SUA MORFOLOGIA

Através do contato de penetrador pontiagudo (geralmente de diamante) em materiais frágeis, é possível gerar uma diversidade de trincas. Observações feitas por Cook e Pharr [2], indicam cinco tipos principais de trincas, as quais são mostradas na fig .2.11



Fig.2.11. Corte em perfil da morfologia das trincas observadas em contatos de indentações: a)trinca cônica associada com a nucleação de uma trinca de forma circular; b)trinca radial associada com impressão do contato e com a zona de deformação; c)trinca mediana; d)trinca semicircular; e)trinca lateral.

Na fig.2.11(a), a trinca cônica é gerada pelo carregamento elástico e expande-se a partir da superfície num determinado ângulo característico após a nucleação de uma trinca de forma circular que precede a trinca cônica na periferia do contato. Na fig.2.11(b), o carregamento feito com um penetrador piramidal conduz a formação de uma impressão do contato na superfície da amostra. Neste caso a trinca radial, gerada paralelamente à diagonal do penetrador, surge no canto da impressão plástica do contato. Na fig.2.11(c) tem-se a trinca mediana. Esta também se propaga paralelamente à diagonal do penetrador, e pode ser gerada abaixo da zona de deformação plástica num contato elasto-plástico, na forma de círculos completos. Na fig.2.11(d), a trinca semicircular é resultado possivelmente da combinação das trincas radial e mediana. A trinca lateral também é gerada sob a zona de deformação e é representada na fig.2.11(e), propagando-se paralelamente e próximo à superfície e possuindo forma circular.

Duas importantes variações dos cinco tipos de trincas principais, as trincas radiais secundárias e as trincas laterais rasas, são mostradas na fig.2.12 (a) e (b), respectivamente.

A trinca radial secundária emigra do canto da impressão do contato (adjacentes ao canto da impressão da indentação). A trinca lateral rasa, é gerada nos cantos da impressão de contato propagando-se dentro do material, aproximadamente paralela à superfície e limitada pela trinca radial primária ou pela secundária.



Fig.2.12 (a) trinca radial secundária; (b) trinca lateral rasa

2.5.3.1 Penetrador Esférico

Em geral, quando um penetrador de geometria esférica é pressionado sobre uma superfície plana de um material elástico, uma trinca em forma de cone é produzida. As trincas tendem a permanecer visíveis após o descarregamento, indicando uma imperfeição no fechamento devido a obstruções na interface da trinca [2]. As características principais da evolução da trinca cônica são mostradas no desenho esquemático da fig.2.13.



Fig.2.13 Sistema de trinca cônicas Hertzianas. Evolução de uma trinca cônica durante o ciclo de carregamento (+) e descarregamento (-) completo.

As falhas presentes na superfície estão sujeitas a uma tensão de tração externa à zona de contato, fig.2.13(a). Se uma falha for localizada favoravelmente, ela se propaga em torno do círculo de contato para formar uma trinca superficial em forma de anel, fig.2.13(b). Em seguida, ocorre um crescimento descendente da trinca diminuindo o campo de tensão de tração, fig.2.13(c). Então, o anel torna-se instável e propaga-se descendentemente para formar uma trinca cônica de Hertz, fig.2.13(d). A trinca cônica continua num crescimento estável, fig.2.13(e) e, quando a carga é totalmente descarregada, ocorre o fechamento da trinca cônica.

2.5.3.2 Penetrador Piramidal

Penetradores de forma piramidal como Vickers ou Knoop, produzem dois sistemas básicos de trincas: radial-mediana e lateral [1]. Na representação esquemática da fig.2.14 é mostrada a evolução desses sistemas de trincas.



Fig.2.14. Sistemas de trincas radial-mediana e lateral. Evolução durante o ciclo de carregamento(+) e descarregamento(-) completo. Região preta denota a zona de deformação irreversível.

Na fig.2.14(a) o contato pontual induz uma deformação irreversível. Com o surgimento de falhas na zona de deformação ocorre então o surgimento de trincas radiais sub-superficial e surgimento de uma trinca mediana sob o ponto de contato, onde a tensão é maior, (b). Com o aumento da carga, ocorre a estabilidade no crescimento da trinca mediana,(c). No início do descarregamento ocorre o fechamento da trinca mediana (d), e na medida em que ocorre a remoção da carga, o campo residual torna-se dominante, expandindo as trincas radiais até a superfície e iniciando um segundo sistema de trincas chamado laterais, próximo a base da zona de deformação (e). Com a diminuição da carga aplicada, a expansão da trinca lateral continua, em direção a superfície, até a remoção completa da carga aplicada (f) [1,6].

2.5.4 Propagação das Trincas

Uma trinca tem seu estágio de propagação iniciado quando ela cresce para fora da zona de influência de suas forças de nucleação [21].

2.5.4.1 Modos de Propagação da Trinca

Na fig. 2.15 é mostrado três modos básicos de propagação da trinca: modo I (modo abertura) correspondendo a uma separação normal das paredes da trinca sob a ação de uma tensão de tração; modo II (modo deslizante) correspondendo a um cisalhamento longitudinal da parede da trinca numa direção normal a face da trinca; modo III (modo rasgador) correspondendo a um cisalhamento lateral paralelo a face da trinca.



Fig.2.15 Representação dos Três modos de fratura: I, modo abertura; II, modo deslizante; III, modo rasgador.

Dos três modos, o primeiro é o mais pertinente a propagação de trincas em sólidos frágeis. Existe sempre uma tendência nas trincas frágeis em buscarem um caminho que minimize a carga cisalhante. Isto parece ser consistente com a descrição da extensão da trinca por meio de um estiramento progressivo e ruptura das ligações de coesão através do plano da trinca [21].

2.6 EFEITO QUIMIOMECÂNICO

Consideremos uma interação química como a da fig.2.16. Uma molécula (A-A) reage dissociativamente com uma ligação na ponta da trinca inicialmente intacta (-B-B-) para produzir dois grupos terminal (A-B-) [24].



Fig.2.16. Representação da ruptura de ligação induzida quimicamente.

A cada reação de ruptura da ligação ocorre a expansão da trinca e por essa razão, expondo uma nova ligação para a próxima molécula que entrar.

2.6.1 Reação na Ponta da Trinca em Vidros.

Considere uma trinca na superfície de um vidro onde ocorre a penetração de moléculas de água. A molécula de água hidrolisa uma ligação de siloxane na ponta da trinca para formar dois grupos terminal de silanol, como representado a seguir [24]:

$$(\text{H-O-H}) + (-\text{Si-O-Si-}) \rightarrow (-\text{Si-OH.HO-Si-})$$

Três estágios distintos de deformação da ligação são considerados, como mostra a fig.2.17:



Fig.2.17. Três estágios de interação na ponta da trinca: (a) adsorção; (b) reação; (c) separação. (Michalske, T.A. & Freiman, S.W.(1981) Nature 295 511)

a) Adsorção: numa pequena deformação, uma molécula de H₂O se fixa fisicamente na ponta da ligação de Si-O-Si(siloxane). A molécula de H₂O se alinha como é mostrado no fig.2.17(a).

b) Reação: quando uma carga maior for aplicada, a molécula de H₂O doa um elétron para um dos átomos de sílício e um próton para a ligação de oxigênio.
Duas novas ligações desta maneira são formadas, fig.2.17(b).

c) Separação: após a redistribuição dos elétrons, as ligações terminal polar se repelem mutuamente, completando o processo de ruptura da ligação, fig.2.17(c).

2.7 CAMPO DE TENSÕES DO CONTATO

2.7.1 Campo de Boussinesq

Uma situação de tensão num meio sujeito a uma carga puntual normal P, pode ser descrita em termos de um sistema de coordenadas esféricas como é mostrado na fig.2.18 [22].



Fig.2.18. Sistema de coordenadas para uma carga puntual P axialmente simétrico.

A escala da zona de contato é representada por meio de uma extensão espacial de dimensão característica "a" e por meio de uma intensidade através do contato de uma pressão média, $p_0 = P/\alpha_0 a^2$, onde α_0 é uma constante geométrica. Dessa maneira, a distribuição de tensão do campo elástico em coordenadas esféricas(ρ, θ, ϕ) em torno da carga puntual assume a forma da eq.2.7,

$$\frac{\sigma_{ij}}{p_0} = \alpha \left(\frac{a}{\rho}\right)^2 \left[f_{ij}(\phi)\right] v \tag{2.7}$$

sendo $f_{ij}(\phi)$ uma função bem definida do ângulo polar ϕ , razão de Poisson ν e sendo ρ >>a.

As características relevantes do campo de tensões de Boussinesq estão ilustradas na fig. 2.19 e na fig.2.20 para o caso de v=0,25.


Fig.2.19 Trajetórias das tensões σ_{11} , σ_{22} , σ_{33} , vistas de cima (a) e de lado (b).

Na fig.2.19 são mostradas em gráfico as trajetórias das três tensões normais principais. São curvas cujas tangentes indicam as direções das tensões em cada ponto. A fig.2.20 mostra os contornos das tensões normais principais e indica suas magnitudes.



Fig.2.20. Contorno das principais tensões. Em (a) σ_{11} ; em (b) σ_{22} ; em (c) σ_{33} num campo de Boussinesq. As linhas pontilhadas em (a) e (b) indicam tensão mínima e zero respectivamente. Em (a) a tensão σ_{11} é de tração em toda a região sob o penetrador; em (b) a tensão σ_{22} é de tração dentro de uma região cônica ($\phi < 51,8^{\circ}$) abaixo da região do penetrador e compressiva fora desta região ; em (c) a tensão σ_{33} é toda compressiva [6].

2.7.2 Modelo de uma Semi-Esfera Expansiva

O modelo de uma cavidade expansiva num sólido elástico-plástico largamente aceito é o proposto por Johnson [30,37]. Ele considerou a expansão de um núcleo semi-esférico incompressível de um material submetido a uma pressão interna. Ele considerou o volume de expansão do material nos limites do núcleo igual àquela do volume do material deslocado pelo penetrador, causado por um aumento de penetração do penetrador para dentro do material. Igualando o raio do núcleo a_c ao raio do círculo de contato a, e equiparando a tensão hidrostática dentro do núcleo com a tensão radial no limite do núcleo, Johnson expressou a pressão média de contato, P_m como uma função combinada do parâmetro (E/Y).tg(β), onde β é o ângulo de inclinação do penetrador com a superfície do espécime. De acordo com Johnson, a pressão média de contato é dada pela eq.2.8:

$$\frac{P_m}{Y} = \left\{ 1 + \ln \left[\frac{\left(\frac{E}{Y}\right) tg\beta + 4(1 - 2\nu)}{6(1 - \nu^2)} \right] \right\} + \frac{2}{3}$$
(2.8)

onde P_m é a pressão média da penetração, E é o módulo de Young, Y é a tensão produzida e v é o módulo de Poisson.

Na fig.2.21 é mostrado o desenho representativo de uma cavidade semiesférica expandida.



Fig.2.21. Modelo representativo da expansão de uma cavuidade semi-esféfica.

Na fig.2.21, modelo de uma cavidade semi-esférica expandida, a superfície de contato do penetrador é encaixada pelo núcleo hidrostático de raio a_c , o qual está envolvido por uma zona plástica semi-esférica de raio *c*. Um aumento de penetração *dh* do penetrador, resulta numa expansão do núcleo *da* e o volume deslocado pelo penetrador pelo movimento radial de partículas *du (r)*, além do limite do núcleo. Esta mudança causa um aumento no raio da zona plástica *dc*.

2.8 TENACIDADE APLICADA ÀS TRINCAS POR PENETRAÇÃO

A tenacidade à fratura é a medida de resistência do material, opondo-se à propagação da trinca [31]. Uma técnica largamente utilizada para estimar o valor da tenacidade à fratura de cerâmicas é através da penetração, medindo-se o comprimento das trincas superficiais produzidas pela penetração Vickers. O raio de uma trinca semi-circular c, conduz a uma relação de equilíbrio relacionada com a carga de penetração P, por via das propriedades elásticas e plásticas da cerâmica e da geometria do penetrador [32]:

$$c = kP^{\frac{2}{3}}$$
 (2.9)

Lawn, Evans e Marshall [21], calcularam a constante de proporcionalidade k a partir de uma análise detalhada da mecânica da fratura e, através de algumas considerações eles obtiveram uma relação que é usada para estimar o valor da tenacidade à fratura que será mostrada na seção 2.8.3.

2.8.1 Fator Intensificador de Tensão Produzido Pela Penetração

Para escrever um fator intensificador de tensão apropriado para as componentes elástica e residual de um sistema de trincas por penetração, Marshall e Lawn usaram duas observações empíricas: 1) o campo da penetração satisfaz a exigência de uma similaridade geométrica; 2) o desenvolvimento total das fraturas mediana/radial deve satisfazer a relação P/c^{3/2} = constante apropriada

para trincas circulares e com aplicação de cargas centrais. Dessas observações, eles concluiram que o fator intensificador de tensão K_r pode ser escrito da forma da eq. (2.10) [3].

$$K_r = \chi_r \frac{P}{c^{3/2}}$$
 (P>P_c, c>>a) (2.10)

onde P, é a carga aplicada; c, é o comprimento da trinca radial e χ_r é uma constante que depende de fatores geométricos do penetrador e da razão (E/H)^{1/2}. A configuração do contato pontiagudo pode ser analisada como a expansão de uma cavidade, como mostrada na fig.2.22.



Fig.2.22. Sistema de trincas mediana/radial: (a) configuração elástico-plástico totalmente carregado; (b) componente elástica numa carga total, tensão de tração (+); (c) componente residual (plástico) quando completamente descarregado.

Nesse modelo de penetração, a carga P determina a intensidade da força diretora da trinca: a componente elástica é caracterizada pela distribuição anterior da tensão $\sigma(r,\phi)$ normal ao plano da trinca, demonstrado na Fig.2.22(b) pelos contornos da tensão; a componente residual é caracterizada por uma força residual central exercida radialmente pela zona plástica expandida. A composição

do campo numa carga máxima em (a) é a superposição de duas componentes; elástica em (b) e residual em (c) [3].

2.8.2 Componentes Elástica e Residual: O Fator H/E

Na configuração (c) da fig.2.22, após o término do ciclo de carregamento e descarregamento, um campo residual surge da acomodação do volume da impressão através da expansão da zona de deformação contra a matriz elástica. Uma análise apropriada desta acomodação resulta a eq.2.11 [10,22],

$$\chi_r = \xi_0 . \cot g(\Phi) . \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{1}{2}}$$
(2.11)

sendo Φ o valor da metade do ângulo entre as faces do penetrador e ξ_o uma constante adimensional.

O campo de tensões formado sob carregamento total da penetração pode ser reconstruído pela superposição de um campo elástico (configuração (b)) da fig.2.22, ortogonal ao campo residual. O campo elástico é dado aproximadamente pela distribuição de tensão σ_{22} da fig.2.20, a qual é trativa abaixo da superfície e compressiva próximo a superfície. Então existe uma restrição à propagação das trincas radiais quando a carga é máxima devido a região compressiva. Sua propagação ocorre durante o descarregamento. Isto torna aparente que o fator intensificador de tensão (eq. 2.10) se refere especificamente ao campo de tensão residual, surgindo após o descarregamento completo. A quantidade (H/E) na eq.2.11 surge então como um parâmetro importante para contatos elastoplásticos; H quantifica o carregamento, enquanto E, o descarregamento. Altos valores de (H/E) correspondem a menores valores de χ , implicando numa forte recuperação elástica, permitindo uma extensão maior das trincas radiais no ciclo de descarregamento [22].

2.8.3 Medida da Tenacidade Utilizando as Trincas Radiais

O valor da tenacidade à fratura, Kc em cerâmicas é normalmente obtido através de medidas diretas do comprimento das trincas radiais por meio de um teste de penetração. Imediatamente após a penetração, o tamanho das trincas radiais são medidas como função da carga (na ausência de tensão externa aplicada e em ambiente inerte). A condição para o equilíbrio da extensão pode ser expressa, escrevendo K_r=K_c e c=c₁ na eq.(2.10) e, ao mesmo tempo, $\xi=\xi_0(\cot\Phi)^{2/3}$ na eq.(2.11), obtendo-se a eq.(2.12) [11,19],

$$K_{c} = \xi \left(\frac{E}{H}\right)^{1/2} \left(\frac{P}{c_{\rm I}^{3/2}}\right)$$
 (2.12)

onde c_I é o comprimento da trinca radial. Uma das vantagens deste método é a simplicidade e economia, devido a possibilidade de se fazer muitas penetrações numa mesma superfície. Por outro lado, apresenta uma desvantagem; dificuldade de medir o tamanho das trincas em materiais opacos, em vidro de sílica fundida por exemplo, o qual deforma irregularmente por compactação [10,23]. A fig. 2.23 mostra a grandeza c, característica de uma trinca radial.



Fig.2.23. Parâmetro geométrico do sistema radial, onde c é o comprimento da trinca radial e 2a é o diâmetro da impressão.

2.9 SEQUÊNCIA DO SURGIMENTO DAS TRINCAS NUM CICLO DE PENETRAÇÃO: CARREGAMENTO E DESCARREGAMENTO.

O dispositivo para fazer as penetrações foi montado por Cook e Pharr [2] no topo de um microscópio óptico invertido encaixado com objetivas de distância focal longa. O objetivo foi observar a região abaixo das superfícies do material durante a atuação de um penetrador de diamante do tipo Vickers. A velocidade de penetração foi em torno de 5μm.s⁻¹ e a carga máxima utilizada foi de 40N. As penetrações foram feitas sem interrupções para obter a curva carga-deslocamento e cuidadosamente identificar o ponto exato na curva no qual ocorre o surgimento da trinca. Nas figs.2.24 e 2.25 são mostrados os gráficos da carga P contra deslocamento h, apresentado por Cook e Pharr [2], de uma penetração Vickers

em vidro comercial alcalino e vidro de sílica, respectivamente. Na fig.2.24 o gráfico mostra a sequência de formação das trincas, indicando o ponto inicial onde as trincas radiais(
) e trincas laterais(O) nuclearam no ciclo de carregamento e descarregamento.



Fig.2.24. Curva da carga contra deslocamento (P x h) de uma penetração Vickers em vidro comercial alcalino, indicando onde trincas radiais(□) e trincas laterais(O) nuclearam no ciclo carregamentodescarregamento.

Observando a figura acima, verifica-se que não houve nucleação de trincas no ciclo de carregamento. Por outro lado, no descarregamento, com 68% da carga máxima teve início a nucleação das trincas radiais primárias. Quase no final do ciclo de descarregamento , aproximadamente 2% da carga máxima, as trincas laterais iniciaram e cresceram rapidamente num plano menos profundo do que as trincas radiais [2].



Fig.2.25. Curva (P x h) (carga contra deslocamento) de uma penetração Vickers em vidro de sílica, indicando onde as trincas cônicas(Δ), trincas radiais primárias(\Box), radiais secundárias(\Diamond), e trincas laterais(O) nuclearam no ciclo de carregamentodescarregamento.

De acordo com Cook e Pharr [2], a sequência apresentada pelo vidro de sílica no gráfico da fig. 2.25, foi muito diferente da apresentada pelo vidro alcalino comercial no gráfico da fig.2.24. Já no início do ciclo de carregamento (10% da carga máxima, 4N), surgiram as trincas cônicas e cresceram com a continuação do carregamento. As trincas radiais primárias surgiram logo no início do carregamento, com 26% da carga máxima. Em seguida, ainda no ciclo de carregamento, surgiram as trincas radiais secundárias. No descarregamento, as trincas cônicas fecharam primeiro, seguido do fechamento das trincas radiais. Trincas laterais muito pequenas foram observadas se iniciarem durante o descarregamento. Sua profundidade é muito menor do que as trincas radiais primárias e secundárias. O início das trincas laterais foi seguido pelo rápido início de outro conjunto de trincas radiais secundárias em 21%da carga máxima [2].

2.10 MODELO PARA AVALIAR A SEQUÊNCIA DA FORMAÇÃO DAS TRINCAS

Um modelo alternativo para avaliar a sequência do surgimento das trincas durante o ciclo de penetração foi proposto por Cook e Pharr [2]. Um campo de tensões foi descrito por três forças duplas combinado com outro de força dupla, porém de magnitude duas vezes maior e de sinal oposto, superpostos. Yoffe, com isso, introduziu um plano perpendicular livre de tensões [9]. Ela superpôs o campo de Boussinesq junto com este campo combinado para somar com o efeito da penetração de carga pontual. O sistema de coordenadas esféricas mostrado na fig.2.26 foi usado para definir o campo de tensões no contato de penetração.



Fig.2.26. Sistema de coordenadas esféricas, usado para definir o campo de tensão num contato de penetração.

Os resultados das componentes de tensão obtidos por Yoffe, em coordenadas esféricas, são mostrados nas eqs.2.13 [2].

$$\sigma_{\rm rr} = P/4\pi r^2.(1-7\cos\theta) + B/r^3.$$
 (19 $\cos^2\theta$ -7) (2.13-a)

$$\sigma_{\theta\theta} = P/4\pi r^2 \cdot \cos^2\theta/(1 + \cos\theta) - B/r^3 \cdot \cos^2\theta \qquad (2.13-b)$$

$$\sigma_{\phi\phi} = P/4\pi r^2 [\cos\theta - 1/(1 + \cos\theta)] + B/r^3 (2 - 3\cos^2\theta)$$
 (2.13-c)

$$\tau_{r\theta} = P/4\pi r^{2} \cdot \text{sen}\theta \cos\theta/(1 + \cos\theta) + B/r^{3} \cdot 5\text{sen}\theta \cos\theta \qquad (2.13\text{-}d)$$
$$\tau_{r\phi} = \tau_{\theta\phi} = 0 \qquad (2.13\text{-}e)$$

onde **P** é a carga utilizada na indentação, **B** é a medida da intensidade do centro de expansão. **B** foi escrito em termos de parâmetros da indentação e variáveis do material, pois o volume ΔV , deslocado no centro da expansão, é constante [2]:

$$\Delta V = \frac{5\pi}{6} \frac{B}{E} \tag{2.14}$$

este volume deslocado pode ser igualado ao volume da impressão de contato, de acordo com a eq.(2.15) [2].

$$\Delta V = 0,068 f \left(\frac{P}{H}\right)^{\frac{3}{2}}$$
 (2.15)

As eqs.(2.14) e (2.15) levam à eq.(2.16), sendo o valor de f=0, para quando o volume da impressão de contato estiver totalmente densificado e f=1, quando não ocorre o processo de densificação.

$$B = 0,026 f E \left(\frac{P}{H}\right)^{\frac{3}{2}}$$
 (2.16)

Cook e Pharr [2] calcularam a eq.(2.13) para o ciclo de carregamento e descarregamento. Eles notaram que diferentes sistemas de trincas são dirigidos por diferentes componentes do campo de tensão:

Trincas circulares
$$\sigma^{\text{circulares}} = \sigma_{\text{rr}}(\theta = \pi/2)$$
 (2.17-a)

Trincas radiais
$$\sigma^{\text{radiais}} = \sigma_{\phi\phi}(\theta = \pi/2)$$
 (2.17-b)

Trincas medianas
$$\sigma^{\text{medianas}} = \sigma_{\theta\theta}(\theta=0)$$
 (2.17-c)

Trincas laterais
$$\sigma^{\text{lateral}} = \sigma_{\text{rr}}(\theta = 0)$$
 (2.17-d)

A combinação das eqs. (2.13), (2.16), (2.17) e a definição de dureza como H=P/2a², com r=a, leva às eqs.2.18, para o carregamento:

$$\sigma^{\text{circulares}}/\text{H}=(0.159 - 0.511\text{fE/H})$$
 (2.18-a)

$$\sigma^{\text{radiais}}/\text{H}=-(0.159 - 0.146\text{fE/H})$$
 (2.18-b)

$$\sigma^{\text{medianas}}/\text{H}=(0.159 - 0.146\text{fE/H})/2$$
 (2.18-c)

$$\sigma^{\text{laterals}}/\text{H} = -6(0.159 - 0.146\text{fE/H})$$
 (2.18-d)

Em todos os casos nas eqs.(2.18), a magnitude e o sinal da tensão diretora da trinca são controlados pelo parâmetro f(E/H). No descarregamento a descrição das tensões é diferente. O parâmetro **B** nas eqs.(2.13) foi fixado num valor máximo determinado por $P=P_{max}$ na eq.(2.16). Desta maneira, as tensões, no descarregamento são dadas pelas eqs.(2.19).

$$\sigma^{\text{circulares}}/\text{H}=(0.159\text{P/P}_{\text{max}} - .0511\text{fE/H})$$
 (2.19-a)

$$\sigma^{\text{radiais}}/\text{H}=-(0.159\text{P}/\text{P}_{\text{max}} - 0.146\text{fE/H})$$
 (2.19-b)

$$\sigma^{\text{medianas}}/\text{H}=(0.159\text{P/P}_{\text{max}}-0.146\text{fE/H})/2$$
 (2.19-c)

$$\sigma^{\text{laterais}}/\text{H}=-6(0.159\text{P/P}_{\text{max}}-0.146\text{fE/H})$$
 (2.19-d)

Segundo este modelo, a exata sequência da formação das trincas num ciclo completo na indentação dependerá do parâmetro f(E/H). Na fig.2.27

é mostrado nos gráficos, de acordo com Cook e Pharr [2], a previsão de sequências de trincas para vários valores do parâmetro f(E/H).



Na fig.2.27(A), para fE/H=0, no carregamento as tensões para formação das trincas circulares e medianas são ambas de tração, sugerindo o surgimento durante o carregamento. No descarregamento essas tensões decrescem, as quais conduzem ao fechamento das trincas. As tensões para o sistema radial/lateral são de compressão durante o ciclo inteiro, portanto, a formação dessas trincas não são esperadas. Para uma razão fE/H=0.182 representada na fig.2.27(B), a força diretora para as trincas circulares e medianas são identicas no carregamento; porém é menor do que na fig.2.27(A), embora ainda seja de tração. No descarregamento existe a possibilidade de formação de trincas radiais e laterais no final do ciclo. Na fig.2.27(C), razão fE/H=0.31, ocorre a ausência completa de trincas circulares. A força diretora para as trincas medianas é diminuida embora ainda seja positiva no carregamento. Há probabilidade de formação de trincas radiais e laterais no descarregamento. A razão fE/H=1.09 é representada na

do

(A)

fig.2.27(D). Existe a supressão completa das trincas medianas e a formação das trincas radiais e laterais logo no início do descarregamento.

Alguns aspectos, observados por CooK e Pharr [2], previstos pelo modelo não são consistentes com observações experimentais: a) os valores absolutos do parâmetro f(E/H) são muito maiores do que aqueles no qual o comportamento da trinca deveria mudar, baseado nas previsões mostradas na fig.2.27; b) não foi observada a trinca mediana experimentalmente. A teoria prevê que a força diretora para criá-la existe, particularmente para valores menores de f(E/H); c) para valores do parâmetro f(E/H) maiores do que aqueles usados na fig.2.27, o modelo prevê que se as trincas radiais forem nucleadas no carregamento, as laterais devem ser nucleadas também. Em um dos materiais isto aconteceu mas, na grande maioria das observações envolvendo nucleação de trincas radiais no carregamento, a nucleação das laterais ocorreram somente no ciclo de descarregamento.

CAPÍTULO III

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras utilizadas foram de vidro comercial alcalino e vidro de sílica com composição conhecida (ver tab.I, pg. 6).

Para o vidro comercial alcalino foram utilizadas amostras com dimensões de (4x28x35)mm como mostradas na representação esquemática da fig. 3.1.



Fig.3.1. Desenho representativo do formato das amostras de vidro comercial alcalino com suas dimensões.

As superfícies superiores e inferiores das amostras eram polidas e foram utilizadas para as penetrações. Previamente às penetrações, as amostras foram lavadas e permaneceram num recipiente com água por um período de 24h, passado este tempo elas foram secadas naturalmente. Após este processo de limpeza e de desenvolvimento de microfissuras elas foram levadas ao forno, préaquecido numa temperatura de 540°C (\pm 10°C) e ficaram expostas a essa temperatura por um período de uma hora. Transcorrido esse tempo, o forno foi desligado e as amostras permaneceram por mais um período de 12h, sob uma taxa de resfriamento de $\approx 5^{\circ}$ C/ min.

Nas amostras do vidro de sílica o processo de limpeza foi o mesmo utilizado no vidro comercial alcalino. Somente no tratamento térmico a temperatura utilizada para o vidro de sílica foi de $840^{\circ}C$ (± $10^{\circ}C$) por igual período de tempo e taxa de resfriamento utilizado em vidro comercial alcalino.

O tratamento térmico é feito para aliviar possíveis tensões de tração e de compressão que poderiam existir na superfície das amostras.

Um desenho representavivo das amostras de vidro de sílica utilizadas e suas dimensões é mostrado na fig.3.2.



Fig.3.2. Desenho representativo do formato das amostras de vidro de sílica com suas dimensões características.

3.2 O MICRODURÔMETRO

Para realização de ensaios de dureza foi necessário construir, como parte deste trabalho, um dispositivo o qual possibilitou produzir penetrações em altas temperaturas. Na fig.3.3 é mostrado um desenho esquemático do equipamento construído.



Fig.3.3. Desenho esquemático do microdurômetro utilizado para fazer penetrações. Cada sigla representa um disposito, descrito abaixo.

O equipamento mostrado na fig. 3.3 é capaz de aplicar cargas entre 3N e 50N produzidas por ar comprimido armazenado num reservatório^(A). Quando o ar é liberado passa através de um manômetro^(B) e é regulado manualmente até a pressão desejada. Posteriormente o ar passa através de uma válvula^(C) controlada por um dispositivo eletrônico^(D) que, quando acionado via computador^(E) libera o ar direto para o cilindro pneumático^(F) empurrando uma haste adaptada^(G) a qual contém em sua extremidade uma ponta Vickers^(H). A velocidade de descida da haste é controlada por um dispositivo que regula a quantidade de fluxo de óleo^(I) quando este é mandado de volta para o reservatório^(J). A carga utilizada na penetração é fornecida no visor de uma balança eletrônica^(L) que está sob a amostra penetrada. Para produzir temperaturas acima de temperaturas ambiente, foi utilizado um forno elétrico^(M). A leitura da temperatura foi feita de forma direta num multímetro^(N) conectado a um termopar^(O), este ficando em contato com a amostra. Entre o forno e a balança foi colocado um suporte^(P) em forma de "U"(invertido) permitindo a existência de um espaço entre eles; nesse espaço foi introduzido um sistema mecânico^(Q) para elevar e transladar o forno, permitindo, desta maneira, a produção de várias penetrações na mesma amostra sob as mesmas condições.

Alguns cuidados foram tomados na obtenção dos resultados no que concerne ao alinhamento, temperatura e velocidade de contato com a amostra:

-o posicionamento da haste adaptada, a qual continha em sua extremidade a ponta penetradora Vickers, deve penetrar fazendo um ângulo de 90° com a superfície da amostra. A garantia de que isso aconteceu foi verificada na impressão residual deixada pela ponta Vickers, onde as quatro faces foram simétricas e apresentaram o mesmo tamanho.

-outra preocupação era ter certeza de que a penetração é feita na temperatura desejada. Para que isso fosse possível a ponta do termopar permaneceu constantemente em contato com a amostra.

-O contato entre a ponta penetradora e a amostra.foi feito sempre lentamente. O controle é realizado pelo fluxo de óleo que sai do cilindro controlado através da observação da carga aplicada no visor da balança.

3.3 OBSERVAÇÕES DAS TRINCAS

Após o evento das penetrações, as trincas produzidas em vidro comercial alcalino e em vidro de sílica foram observadas num microscópio óptico. Para obter melhor qualidade em alguns detalhes, algumas trincas foram observadas por microscópia eletrônica de varredura. As observações foram feitas de dois modos: a) primeiramente foi observada a superfície penetrada pela ponta piramidal Vickers, cujo tempo de aplicação da carga foi de aproximadamente 1min.; b) em segundo lugar, algumas amostras foram seccionadas e a observação foi feita na secção transversal. As figs.3.4 e 3.5 mostram a superfície de uma trinca produzida pela técnica de penetração Vickers em vidro comercial alcalino, antes e após ser seccionada, respectivamente.



0,05 mm

Fig.3.4. Fotografia de uma trinca produzida por uma indentação em vidro comercial alcalino, antes de ser seccionada.

Fig. 3.5.Fotografia de uma trinca produzida por uma indentação em vidro comercial alcalino, seccionada.

3.4 EFEITO QUÍMICO DO AMBIENTE

Para verificar quantitativamente a influência do ambiente na propagação das trincas radiais produzidas por penetrações em função do tempo, fez-se uma investigação inicial em dois estágios: (a) foram utilizadas amostras de vidro alcalino comercial e vidro de sílica expostas ao ar úmido ambiente; (b) outras amostras foram revestidas com uma camada de óleo silicone [8,25] na face onde seria feita a penetração, para minimizar o efeito do vapor d'água presente no ar.

Foram feitas cinco penetrações em cada uma das amostras com um penetrador piramidal Vickers, de aproximadamente 1min. para cada carga de 5N, 10N, 20N e 40N. As medidas do comprimento das trincas radiais foram realizadas imediatamente após as penetrações e 1h, 3h, 27h, 51h, e 70h após as amostras terem sido ensaiadas. Nos intervalos dos tempos as amostras permaneceram expostas ao ar em temperatura ambiente, e quando o caso, com uma camada residual de óleo silicone sobre a superfície penetrada. Os experimentos foram realizados em temperatura ambiente entre 15°C e 27°C.

3.5 GERAÇÃO DE TRINCAS POR PENETRAÇÃO

Testes de penetração usando um penetrador piramidal Vickers (fig.2.4), por meio do equipamento descrito na seção 3.2, foram efetuados para a obtenção dos valores de tenacidade no vidro comercial alcalino e no vidro de sílica em diferentes temperaturas. Inicialmente, procurou-se encontrar o valor da constante geométrica α , derivada empiricamente em temperatura ambiente através da proporcionalidade de P= α c^{3/2}, onde c é o comprimento da trinca radial na superfície penetrada e P é a carga aplicada. Posteriormente, o valor da constante de proporcionalidade α foi utilizado na eq.2.10 para obtenção do termo geométrico ξ para então ser utilizado na obtenção do valor da tenacidade nas temperaturas de 200°C e 400°C através da eq. 2.12. Os valores de dureza Vickers utilizados foram obtidos diretamente da eq. 2.3 em todas as temperaturas para o vidro comercial alcalino e para o vidro de sílica, com exceção do valor da dureza Vickers do vidro de sílica em temperatura ambiente, que foi utilizado o da literatura [13]. Já para o módulo elástico E, todos os valores foram os da literatura para os dois materiais investigados [26]. As superfícies penetradas foram observadas através de um microscópio ótico e o comprimento da trinca radial,(c) foi obtido através da medida direta dos traços da trinca radial da superfície penetrada. Foram feitas no mínimo 4(quatro) penetrações para cada carga utilizada de 5N, 10N, 20N e 40N nos dois materiais investigados. Nas amostras penetradas foram utilizadas algumas gotas de óleo silicone para minimizar o efeito da umidade presente no ar (seção 2.6).

Nas penetrações feitas à 200ºC, inicialmente, as amostras foram colocadas no forno elétrico (seção 3.2) em temperatura ambiente com algumas gotas de óleo silicone, permanecendo aproximadamente por três horas até a temperatura se estabilizar em 200ºC. Após o término das indentações o forno era desligado e a amostra permanecia nele por um período de aproximadamente 3h até atingir novamente a temperatura ambiente.

Nas penetrações feitas à 400°C, o tempo necessário para a estabilização na temperatura desejada foi de aproximadamente seis horas. O óleo silicone foi pré-aquecido a 200°C e então colocado sobre a amostra após serem realizadas as penetrações. Isto ocorreu durante o resfriamento e quando a temperatura da amostra era de 200°C, a fim de evitar o choque térmico entre o óleo e a amostra, o qual poderia afetar o tamanho das trincas.

3.6 PARÂMETRO DO MATERIAL f(E/H)

O parâmetro f utilizado no modelo proposto por Cook e Pharr [2] para avaliar a sequência da formação das trincas foi escolhido para o vidro comercial alcalino como sendo f=1, para o qual não ocorre densificação quando sofre penetração. Para o vidro de sílica, para o qual ocorre densificação permanente, o valor do parâmetro f foi estimado como sendo f=0.85 [2], baseado em mudanças de densidade sofrida pelo vidro de sílica em função da pressão aplicada, medidas

primeiramente por Bridgman e Simon [23] e adotado por Cook e Pharr [2] para penetrações realizadas em temperatura ambiente. O valor utilizado do parâmetro f para as temperaturas de 200°C e 400°C foi o mesmo do que o de temperatura ambiente devido a ausência de dados na literatura que permitissem avaliar o valor do parâmetro naquelas temperaturas. Em temperatura ambiente a densificação do vidro de sílica varia de 0 à 20% dependendo da pressão aplicada. Em geral ela ocorre quando a pressão é maior do que 12GPa. Este valor é maior do que a dureza do vidro de sílica em temperatura ambiente, o que não implica que não ocorra densificação durante a penetração. Observações das micrografias nas temperaturas ambiente, 200°C e 400°C, mostram que nessas temperaturas ocorre densificação.

CAPÍTULO IV

RESULTADOS OBTIDOS

4.1. EFEITO QUIMIOMECÂNICO

A evolução no comprimento das trincas radiais para a amostra exposta ao ar em temperatura ambiente em função do tempo é mostrada no gráfico da fig.4.1 para o vidro comercial alcalino e no gráfico da fig.4.2 para o vidro de sílica.



Fig.4.1. Gráfico da evolução no comprimento das trincas radiais em função do tempo para o vidro comercial alcalino exposto ao ar em temperatura ambiente.

Analisando o gráfico acima em termos percentuais, verificou-se que o comprimento da trinca, (**c**), que sofreu uma maior extensão no comprimento (28%) é a trinca produzida pela penetração de 40N. As outras cargas, 20N, 10N e 5N, tiveram respectivamente, aumentos de 17%, 16% e 6%.



Fig.4.2. Gráfico da evolução no comprimento das trincas radiais em função do tempo em vidro de sílica expostas no ar em temperatura ambiente.

No gráfico da fig.4.2. verificou-se um aumento maior na evolução das trincas radiais na presença de umidade, 12% em termos percentuais, nas trincas produzidas pelas penetrações de menor carga, 5N. As demais cargas, 10N, 20N e 40N, tiveram respectivamente, aumentos de 7%, 8% e 9%.

Em contraste aos experimentos acima citado, é mostrado nos gráficos das figs.4.3 e 4.4, a evolução no comprimento das trincas radiais para o vidro comercial alcalino e para o vidro de sílica, respectivamente, para a superfície recoberta com óleo de silicone de forma a minimizar o efeito quimiomecânico. Para permitir uma comparação foram usadas as mesmas cargas de penetração e os mesmos tempos de medidas para ambos os ambientes.



Fig.4.3. Gráfico da evolução no comprimento das trincas radiais no tempo em vidro comercial alcalino com filme de óleo silicone.

Os comprimentos das trincas radiais no gráfico da fig. 4.3, para o vidro comercial alcalino, tiveram uma evolução em valores percentuais correspondentes à 2%, 8%, 8% e 17% para cargas de indentação de 5N, 10N, 20N e 40N, respectivamente.



Fig.4.4 Gráfico da evolução no comprimento das trincas radiais no tempo em vidro de sílica com filme de óleo silicone.

No gráfico da fig.4.4 são mostrados os aumentos percentuais no comprimento da trinca radial c em ambiente inerte para o vidro de sílica. Foi de 6%, 4%, 4%, 4% correspondentes às cargas de 5N, 10N, 20N e 40N, respectivamente.

Algumas características da influência do ambiente são verificadas nas fotografias, figs.4.5(a) e (b), de uma penetração Vickers em vidro comercial alcalino e, nas figs. 4.6(a) e (b) em vidro de sílica, logo após a penetração e após 12 horas imersas em água na temperatura ambiente, respectivamente



Fig.4.5 (a) e (b). Micrografias de uma penetração Vickers em vidro comercial alcalino; em (a), logo após a penetração e em (b), após 12h. imersa em água. As siglas representam: Rp- trinca radial primária, Rs- trinca radial secundária, L- trinca lateral primária.



Fig.4.6 (a) e (b). Micrografias de uma penetração Vickers em vidro de sílica; em (a), logo após a penetração e em (b), após 12h imersa em água. As siglas representam: Rp- trinca radial primária, Rs- trinca radial secundária, L- trinca lateral primária.

A influência da água no aparecimento das trincas pode ser verificada, comparando as penetrações nas micrografias, antes e após terem sidos imersas. Na micrografia da fig.4.5 (a), as trincas laterais primárias (L) não são observadas, ao passo que, na fig.4.5 (b), elas são observadas.

Do mesmo modo, para o vidro de sílica, como pode ser observado na micrografia da fig. 4.6 (b), ocorreu um aumento no número das trincas laterais (indicadas nas figs. pela seta e letra L). As trincas radiais primárias Rp, as quais emanam dos cantos da impressão, têm seu comprimento aumentado e, além disso, ocorre um aumento no número das trincas radiais secundárias Rs, em torno da impressão da penetração e um aumento no tamanho das já existentes.

4.2.VARIAÇÃO DA DUREZA, MÓDULO ELÁSTICO, (E/H)^{1/2} e f(E/H) EM FUNÇÃO DA TEMPERATURA

A obtenção do valor da dureza Vickers (H_v) em função da temperatura é de fundamental importância sob dois aspectos: (a) o valor encontrado será usado na obtenção do valor da tenacidade; (b) não foi encontrado na literatura o valor da dureza Vickers nas temperaturas entre 200^oC e 400^oC para o vidro comercial alcalino e para o vidro de sílica.

Os valores médios das durezas foram obtidos através da aplicação direta da eq.2.3 usando um teste de penetração com uma ponta piramidal Vickers (fig.2.4) e aplicação de cargas de 5N com, no mínimo, cinco penetrações para cada temperatura realizada. Os valores do módulo elástico foram tirados da literatura [26] nas três temperaturas utilizadas.

Os valores médios para dureza Vickers, obtidos nas diferentes temperaturas para os vidros, comercial alcalino e de sílica, estão descritos na tabela II. Também são colocados os valores do módulo elástico e do parâmetro f, obtidos da literatura.

materiais viuro comerciai aicanno e para viuro de sinca em diferentes temperaturas, (C).										
	Vidro comercial					Vidro de sílica				
Temperatura (°C)	H _v (GPa) E(GPa	ı) (E/H)	^{1/2} f	f(E/H)	H _v (GPa)	E(GPa)	(E/H) ^{1/2}	f	f(E/H)
25	5.8	70*	3.5	1	12.0	6.3*	73*	3.4	0.85*	9.85
200	5.0	72*	3.8	1	14.4	5.1	75*	3.8	0.85*	12.50
400	4.1	75*	4.3	1	18.3	4.2	78*	4.3	0.85 *	15.80

Tabela II-Valores obtidos para Dureza Vickers, Módulo Elástico, parâmetros (E/H)^{1/2}, f(E/H) nos materiais vidro comercial alcalino e para vidro de sílica em diferentes temperaturas,(°C).

* Valores tirados da literatura [26]. Valores de H_v obtidos (Er ± 5%).

Outra propriedade considerada nos materiais estudados foi a dilatação térmica. Os valores de coeficientes de dilatação térmica linear utilizados foram os da literatura[13]. Para o vidro alcalino e para o vidro de sílica são (9 x 10⁻⁶ e 0,6 x 10⁻⁶) ⁰C ⁻¹, respectivamente. Levando-se em conta esses coeficientes de dilatação, verificou-se que a ordem de grandeza obtida na variação do comprimento da diagonal da impressão é da ordem de 10⁻⁹m e para o vidro de sílica, é da ordem de 10⁻⁷m para o vidro alcalino. As variações produzidas no comprimento da diagonal da impressão pela dilatação térmica nas variações de temperatura utilizadas são consideradas muito pequenas para afetar os valores obtidos para a dureza Vickers nas temperaturas consideradas.

4.2.1 Dureza Vickers em Função da Temperatura

No gráfico da fig.4.7 é mostrada a variação dos valores médios obtidos da dureza Vickers em função da temperatura para o vidro comercial alcalino e para o vidro de sílica.



Fig. 4.7. Gráfico da variação da dureza Vickers em função da temperatura, para o vidro comercial alcalino (símbolo; triângulo) e para o vidro de sílica (símbolo; quadrado). Os valores estão ilustrados na tab.II.

Os resultados experimentais demonstraram o forte efeito da temperatura

sobre o valor da dureza Vickers, provocando um decréscimo de seu valor, tanto

para o vidro comercial alcalino quanto para o vidro de sílica.

4.2.2 Módulo Elástico, (E)

A variação dos valores do módulo elástico em função da temperatura,

descritos na tab.II são mostrados nos gráficos das figs. 4.8 para o vidro comercial

alcalino e para o vidro de sílica, respectivamente, a partir dos dados da literatura e dos fabricantes [26].



Fig.4.8.Variação do módulo elástico em função da temperatura para o vidro comercial alcalino (símbolo; triângulo) e para o vidro de sílica (símbolo; quadrado). Os valores estão ilustrados na tab.II.

O gráfico da fig.4.8 mostra que o valor do módulo elástico sofre uma variação muito pequena, indicando que na variação de temperatura utilizada, ele é pouco afetado, tanto para o vidro comercial alcalino quanto para o vidro de sílica.

4.2.3. Parâmetros, (E/H)^{1/2} e f(E/H)

A variação dos valores dos parâmetros (E/H)^{1/2} e f(E/H) em função da temperatura descritos na tabela II são mostradas nos gráficos da fig.4.9 (a) e (b), respectivamente. Os materiais utilizados foram o vidro comercial alcalino e o vidro de sílica.



Fig. 4.9. (a). Gráfico da variação do parâmetro (E/H)^{1/2}. Em (b) gráfico da variação do parâmetro f(E/H). Ambos em função da temperatura e para o vidro comercial alcalino e para o vidro de sílica. Os valores representados nos gráficos estão descritos na tab.II.

No gráfico da fig. 4.9(a), observa-se um aumento aproximadamente linear do parâmetro em questão com o aumento de temperatura, tanto para o vidro de sílica quanto para o vidro comercial alcalino. Ambos os materiais apresentam a mesma razão de crescimento dentro de uma variação muita pequena dos valores obtidos para a razão (E/H)^{1/2} nas diversas temperaturas.

No gráfico da fig.4.9 (b), as curvas mostram um crescimento do parâmetro f(E/H) em função da temperatura aproximadamente linear para os dois materiais. O valor de f(E/H) de sílica para temperatura de 200°C é aproximadamente igual ao valor do parâmetro do vidro em temperatura ambiente.

4.3 EFEITOS DA TEMPERATURA EM VIDRO ALCALINO

4.3.1 Comprimento da Trinca Radial

O tamanho da trinca radial (c), medido imediatamente após a penetração ter sido feita, em ambiente com óleo silicone e na ausência de carga aplicada, em diferentes temperaturas é mostrado no gráfico da fig.4.10, para o vidro comercial alcalino.



Fig. 4.10. Comprimento da trinca radial em função da temperatura para o vidro comercial alcalino; cargas utilizadas: 5N, 10N, 20N e 40N.

No gráfico da fig.4.10 observa-se um aumento drástico no comprimento da trinca radial para as cargas aplicadas de 20N e 40N, numa variação de temperatura entre 25°C à 400°C para o vidro comercial alcalino, enquanto que nas cargas de 5N e 10N o comprimento das trincas foi muito pouco afetado pela elevação da temperatura.

4.3.2 Fator Geométrico, ξ

No gráfico da fig.4.11, a carga de penetração P é representada em função do comprimento da trinca radial c na potência 3/2 (P contra $c^{3/2}$) em vidro comercial alcalino, num ambiente com óleo silicone e temperatura ambiente. Apresenta-se também o ajuste numérico feito para obtenção do termo geométrico ξ da eq.2.12. A curva vermelha e a verde representam a carga de penetração, P

em função do comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ nas temperaturas de 200°C e 400°C, respectivamente. Os valores de P(N) e de $c^{3/2}$ (m)^{3/2} estão descritos na tab.III.

Tab.III-Valores obtidos para o comprimento da trinca radial, c^{3/2} em função da temperatura para o vidro comercial alcalino, nas cargas utilizadas de 5N, 10N, 20N e 40N.

Р	5N	10N	20N	40N
25°C	4.81E-7	9.93E-7	1.67E-6	3.89E-6
200°C	5.12E-7	1.08E-6	2.37E-6	6.54E-6
400°C	5.86E-7	1.29E-6	2.98E-6	7.63E-6

Comprimento da trinca radial, $c^{3/2}(m)^{3/2}$



Comprimento da trinca radial, c^{3/2}(m)^{3/2}

Fig. 4.11. Gráfico da carga de penetração, P contra o comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ em vidro comercial alcalino. Linha preta, temperatura ambiente (± 25°C); linha vermelha, 200°C e linha verde, 400°C. Nas linhas pontilhadas, P2 é a previsão do comprimento da trinca radial para 200°C e P4 é a previsão para 400°C, da equação 2.12 com ξ =0,020.

Usando o resultado do ajuste numérico obtido do gráfico da fig.4.11, feito para os valores de P contra c^{3/2} em temperatura ambiente, utilizando cargas de 5N, 10N, 20N e 40N foi encontrado o valor do termo geométrico ξ , calculado da eq.2.12, para o qual foi obtido ξ =0.020. Este valor obtido para o termo geométrico está em concordância com o valor apresentado na literatura ξ =0.016 ± 0.004 [11].

As curvas de P contra c^{3/2} para temperaturas de 200°C e 400°C são mostradas nas curvas vermelha e verde, respectivamente, obtidas a partir das mesmas cargas utilizadas para temperatura ambiente.

As curvas pontilhadas P2 e P4, representam a previsão teórica da curva P contra c^{3/2} para temperaturas de 200°C e 400°C. A previsão teórica foi obtida da equação 2.12, considerando constante o valor de K_c e utilizando o valor do fator geométrico ξ encontrado através do ajuste numérico do gráfico da fig.4.11.

4.3.3 Tenacidade à Fratura do Vidro Alcalino

Aplicando o termo geométrico ξ , obtido do ajuste numérico (seção4.3.2) na eq.2.12 e usando os parâmetros (E/H)^{1/2} listados na tab.II e os comprimentos da trinca radial, c^{3/2} listados na tab.III, referente às três temperaturas: 25°C, 200°C e 400°C, obtivemos os valores para a tenacidade nas respectivas temperaturas, acima mencionadas, para o vidro comercial alcalino.

Na tab.IV estão descritos os valores obtidos para a tenacidade à fratura, para o vidro comercial alcalino nas três temperaturas estudadas.
	K_{c} (MPa.m ^{1/2})			
ТР	5N	10N	20N	40N
25°C	0.73	0.70	0.84	0.72
200°C	0.75	0.72	0.66	0.47
400°C	0.74	0.67	0.59	0.45

Tab.IV- Valores obtidos para a Tenacidade à fratura, Kc (Er± 8%) para o vidro comercial alcalino em função da temperatura, para cargas de 5N, 10N, 20N e 40N.

Os valores calculados para a tenacidade, K_c em função da carga aplicada são mostrados nos gráficos da fig.4.12 para as três temperaturas.



Fig. 4.12 Gráficos do valor da tenacidade em função da carga aplicada (5N, 10N, 20N e 40N) em vidro comercial alcalino para as três temperaturas estudadas.

4.4 EFEITOS DA TEMPERATURA NO VIDRO DE SÍLICA

4.4.1 Comprimento da Trinca Radial

Ao contrário do que ocorre em vidro comercial alcalino, no vidro de sílica é encontrada uma certa dificuldade para medir o comprimento da trinca radial devido a multiplicidade dos danos causados em torno de uma penetração Vickers, em temperatura ambiente, na superfície da amostra. Uma maneira que pode ser usada para localizar uma trinca radial primária é identificar, em torno da região deformada pelo penetrador, quatro traços que sejam simétricos entre si. Outra maneira é verificar quais traços possuem extensões que vão além da região deformada, ou pelo menos, os visivelmente maiores diferenciando-as das trincas radiais secundárias.

Nas temperaturas 200°C e 400°C, em geral, as trincas radiais primárias tornam-se mais visíveis, extendendo-se bem além da região deformada. Porém, às vezes, surge um círculo escuro na parte externa da região deformada não permitindo a verificação exata da extensão da trinca radial primária.

Um exemplo dos danos causados na superfície do vidro de sílica por um penetrador piramidal Vickers, com uma carga de 40N, pode ser observado na micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura da fig. 4.13. As trincas radiais primárias estão indicadas pela sigla Rp e pela seta.



Fig. 4.13. Micrografia obtida por microscopia eletrônica de varredura ilustrando uma trinca produzida por um penetrador piramidal Vickers em vidro de silica com carga de 40N em temperatura ambiente, utilizando um filme de óleo silicone na amostra penetrada.

No gráfico da fig. 4.14 é mostrada a variação do comprimento da trinca radial, c^{3/2} em função da temperatura, utilizando as cargas de 5N, 10N, 20N e 40N para o vidro de sílica. Os valores dos comprimentos das trincas radiais estão descritos na tab.V e foram medidos num microscópio óptico imediatamente após a penetração Vickers, utilizando óleo silicone para minimizar os efeitos do ambiente.



Fig. 4.14. Comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ em função da temperatura para o vidro de silica; penetrações feitas em amostras com óleo silicone. Cargas utilizadas: 5N, 10N, 20N e 40N.

Analisando o gráfico da fig. 4.14 podemos observar que nas penetrações com cargas de 5N e 10N houve somente uma pequeno aumento no comprimento da trinca radial na variação de temperatura até 200°C. Em penetrações utilizando as mesmas cargas mas feitas em 400°C, as trincas radiais sofreram uma grande variação em sua extensão. Já nas penetrações utilizando cargas de 20N e 40N, ocorreram variações consideráveis no comprimento da trinca radial em todo o intervalo da variação da temperatura, (25°C à 400°C).

4.4.2 Fator Geométrico, ξ

De maneira análoga ao vidro alcalino, foi encontrado através do ajuste numérico dos dados apresentados na fig.4.15 o valor do fator geométrico ξ , calculado a partir da eq.2.12, sendo ξ =0.00883, não estando em concordância com o valor apresentado pela literatura (0.016 ± 0.004) [11].

Para tal, foram utilizadas amostras revestidas com óleo silicone e as penetrações foram feitas em temperatura ambiente (curva preta) da fig.4.15. A curva vermelha e a verde representam a carga de penetração, P em função da trinca radial, $c^{3/2}$ nas temperaturas de 200°C e 400°C, respectivamente. Os valores de P e $c^{3/2}$ estão descritos na tabela V e no gráfico da fig.4.15.

temperatura para o vidro de sílica, nas cargas utilizadas de 5N, 10N, 20N e 40N. Tab.V- Valores obtidos para o comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ (m)^{3/2} em função da

T	5N	10N	20N	40N
25°C	1.89E-7	3.60E-7	7.19E-7	1.54E-6
200°C	2.09E-7	4.30E-7	8.74E-7	1.92E-6
400°C	3.64E-7	7.64E-7	1.50E-6	2.10E-6

Comprimento da	trinca	radial,	c ^{3/2} (m) ^{3/2}
----------------	--------	---------	--------------------	-------------------



Fig. 4.15. Gráfico da carga de penetração, P contra o comprimento da trinca radial, $c^{3/2}$ em vidro de sílica. Linha preta, ajuste numérico feito em temperatura ambiente (± 25°C); linha vermelha, 200°C e linha verde, 400°C. Nas linhas pontilhadas, P2 é a previsão do comprimento da trinca radial para 200°C e P4 é a previsão paea 400°C, da equação 2.12 com ξ =0,008.

As curvas de P contra c^{3/2} mostradas na fig. 4.15 nas temperaturas 200°C e 400°C apresentam características diferentes. Em 200°C a curva apresenta uma certa linearidade com uma pequena inclinação em relação a curva obtida em temperatura ambiente, indicando, possivelmente, que poderá haver uma aproximidade nos valores da tenacidade nessas duas temperaturas.

Em 400°C, a penetração feita com carga de 40N apresenta uma aparente coerência na extensão da trinca radial comparando com as extensões das trincas radiais produzidas com a mesma carga nas temperaturas de 200°C e ambiente. A curva formada pelas cargas de 5N, 10N e 20N, com suas respectivas extensões da trinca radial apresenta uma certa linearidade em relação a curva obtida em

temperatura ambiente, entretanto, existe uma grande inclinação, ao contrário da apresentada pela curva obtida em 200°C. Outra característica é a apresentada pelas cargas de 5N e 10N na temperatura de 400°C, onde elas apresentam uma extensão excessiva das trincas radiais, indicando uma possível modificação na formação das trincas. As curvas P2 e P4, representam a previsão teórica da curva P contra c^{3/2} para as temperaturas 200°C e 400°C, usando a equação 2.12.

4.4.3 Tenacidade à Fratura em Vidro de Sílica

Aplicando o fator geométrico, ξ =0.008 obtido do ajuste numérico (seção 4.4.2) na eq.(2.12) e usando os valores do parâmetro (E/H)^{1/2} descritos na tab.II e o comprimento da trinca radial, c^{3/2}m^{3/2} descritos na tab.V, referente as temperaturas 25°C, 200°C e 400°C, obtivemos os valores para a tenacidade à fratura para o vidro de sílica nas três temperaturas. Os valores obtidos estão ilustrados na tabela VI.

Tab. VI- Valores obtidos para a tenacidade,	K_c (Er \pm 5%) para (o vidro de sílica	em função da
temperatura. As cargas utilizadas foram de 5N	10N, 20N e 40N.		

P	5N	10N	20N	40N
25°C	0.803	0.834	0.835	0.781
200°C	0.808	0.784	0.773	0.704
400°C	0.520	0.496	0.514	0.729

 $K_c(MPa.m^{1/2})$

O valor da tenacidade, Kc para o vidro de sílica em função da carga aplicada é mostrado na fig.4.16, nas três temperaturas investigadas.



Fig.4.16- Gráfico do valor da tenacidade à fratura, K_c em função da carga aplicada obtidos para o vidro de sílica em ambiente inerte nas três temperaturas; 25°C, 200°C e 400°C.

Para a temperatura de 25°C os valores de tenacidade obtidos e descritos na tabela VI, estão muito próximo do valor encontrado na literatura (0.793 ± 0.013)(MPam^{1/2}) [27]. Nos resultados obtidos na temperatura de 200°C ocorre uma sutil diminuição no valor de K_c a medida que aumenta-se a carga da penetração, entretanto, apresentam valores coerentes em relação aos valores obtidos na temperatura de 25°C.

Já na temperatura de 400°C, observa-se uma diminuição brusca no valor de K_c para as cargas utilizadas de 5N, 10N e 20N; uma provável razão para essa

diminuição brusca nestas cargas e nessa temperatura, pode ser observada na fig.4.14, onde houve um aumento apreciável no comprimento da trinca radial para as cargas de 5N, 10N e 20N na temperatura de 400°C.

4.5 MORFOLOGIA DAS TRINCAS PRODUZIDAS POR PENETRAÇÃO

4.5.1 Descrição Básica

Uma descrição básica de um sistema de trincas superficiais e subsuperficiais que podem ser formadas sob um penetrador piramidal Vickers em vidros é mostrado nos desenhos esquemáticos das fig. 4.17(a) e (b), respectivamente.



Figs. 4.17(a) e (b). Desenho representativo de trincas formadas sob penetração Vickers. Em (a), vista de cima da superfície penetrada: trinca radial primária, de comprimento c; e secundária, trinca lateral, trinca Cônica e diagonal da impressão. Em (b), amostra seccionada mostrando trinca lateral, mediana e radial, arestas e a zona de deformação(Z.D.), sob a impressão do contato.

4.5.2 Morfologia das Trincas: Vidro Alcalino

As figs.4.18(a), (c), (e) e (g) ilustram superfícies de uma penetração Vickers em vidro comercial alcalino feitas em temperatura ambiente (±25°C) e com uma camada de óleo silicone sobre as amostras; as cargas utilizadas foram de 5N, 10N, 20N e 40N. As figs. acima citadas também são mostradas nas figs. 4.18(b), (d), (f) e (h), seccionadas.



Figs.4.18(a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador de diamante Vickers em temperatura ambiente ($\pm 25^{\circ}$ C) e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (a) e (b) a carga utilizada foi 5N; em (c) e (d) 10N;. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; M- trinca mediana; Sc- trinca semi-circular (Trinca radial sub-superficial); C-trinca circular e A- arestas.



Figs.4.18(e-h). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador de diamante Vickers em temperatura ambiente $(\pm 25^{\circ}C)$ e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (e) e (f) 20N e em (g) e (h) 40N. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs-trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; M- trinca mediana; Sc- trinca semi-circular (Trinca radial sub-superficial) e C-trinca circular.

As trincas radiais primárias foram observadas em todas as figs.4.18(a-h), e estão indicadas por uma flecha e a sigla (Rp). De acordo com Cook e Pharr [2] (ver seção 4.5, cap IV) elas são formadas no ciclo de descarregamento com aproximadamente 50% da carga máxima e continuam crescendo até o final do descarregamento. As trincas radiais secundárias são observadas vistas de cima

nas figs. 4.18(a), (c), (f), onde estão indicadas por uma seta e pela sigla (Rs). Elas foram observadas por Cook e Pharr [2] iniciarem no mesmo tempo das trincas radiais primárias e geralmente emanam adjacentes a estas ao lado dos cantos da impressão.

As trincas laterais são observadas na fig. 4.18 (b), (d), (f) e (h) e estão indicadas por uma seta e pela sigla (L); na superfície da amostra elas não são observadas. O modelo proposto por Cook e Pharr [2], descrito na seção 4.5, prevê o surgimento das trincas laterais no ciclo de descarregamento. Na figura 4.18(e), ocorre o surgimento de uma trinca lateral rasa como indicado por uma seta e pela sigla (Lr).

Na fig.4.18(f), é observada uma trinca mediana indicada por uma seta e pela sigla (M). Elas são nucleadas sob a zona de deformação (Z.D.) e iniciam no ciclo de carregamento de acordo com o modelo descrito na seção 4.5.

4.5.2.1 Início das Trincas

Muitas das características principais de uma penetração padrão Vickers presentes nas figs. 4.18 (a-h) já foram observadas e relatadas por vários autores [4,5,6,7,8,28,34].

Na fig. 4.19 (a) está indicado por uma seta o provável ponto inicial de uma trinca radial, dentro da zona de deformação (Z.D), saindo paralela ao eixo de carregamento em direção a superfície. Na fig.4.19(b) mostra a trinca radial emanando do canto da impressão do contato plástico.



Fig.4.19 (a) e (b).Micrografia obtida de microscopia eletrônica de varredura de penetração Vickers em vidroalcalino comercial em temperatura ambiente. Em (a), setas indicando ponto inicial da trinca radial e lateral. Em (b), seta indicando corner da impressão. R- trinca radial e L- trinca lateral.

Outra característica indicada na fig.4.19(a) é o ponto de nucleação da trinca lateral, indicada pela sigla L e a trinca mediana indicada pela sigla M. Ambas, quando nucleadas, iniciam sob a zona de deformação e podem ser observadas na fig. 4.19, indicadas pela seta e siglas [6,7,8,28].

Trincas cônicas não são observadas em experimentos feitos em vidro comercial alcalino, sob penetração Vickers.

4.6 EFEITO DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA

4.6.1 Vidro Comercial Alcalino em 200°C

As figs.4.20(a-h) mostram uma sequência de micrografias de penetração Vickers em vidro comercial alcalino feitas em ambiente com óleo silicone e na temperatura de 200°C. As cargas utilizadas foram 5N, 10N, 20N e 40N.



Figs.4.20 (a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador piramidal Vickers numa temperatura de 200°C e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (a) e (b) 5N e em (c) e (d) 10N. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; M- trinca mediana; Sc- trinca semi-circular (Trinca radial sub-superficial),C-trinca circular e I- formação intermediária.



Figs.4.20 (e-h). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador piramidal Vickers em temperatura de 200°C e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (e) e (f) 20N e em (g) e (h) 40N. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs-trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; M- trinca mediana; Sc- trinca semi-circular (Trinca radial sub-superficial) e C-trinca circular.

4.6.2 Vidro Comercial Alcalino em 400°C

As figs. 4.21(a-h) mostram a sequência de micrografias da superfície e sub-

superficíe de penetrações Vickers feitas em ambiente com óleo silicone, em vidro

comercial alcalino, obtidas à 400°C.



Figs.4.21(a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador piramidal Vickers em temperatura de 400°C e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (a) e (b) 5N e em (c) e (d) 10N. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; Sc- trinca semi-circular e I-formação intermediária.





Figs4.21 (e-h). Micrografias da superfície e subsuperfície em vidro comercial alcalino feitas com um penetrador piramidal Vickers em temperatura de 400°C e com camada de óleo silicone sobre as amostras. Em (e) e (f) 20N e em (g) e (h) 40N. As siglas representam: Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; Lr- trinca lateral rasa; Sc- trinca semi-circular e I-Intermediário.

4.7 MORFOLOGIA DAS TRINCAS: VIDRO DE SÍLICA

Nas figs.4.22(a-h) são mostradas as trincas produzidas na superfície e sob a superfície em amostras de vidro de sílica por um penetrador piramidal Vickers. As penetrações foram realizadas em ambiente com óleo silicone e em temperatura ambiente($\pm 25^{\circ}$ C). As cargas utilizadas foram 5N, 10N, 20N e 40N.



Figs.4.22 (a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura ambiente(± 25°C). As cargas utilizadas foram em (a) e (b), 5N em (c) e (d) 10N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zd- zona de compactação.



Figs.4.22(e-h). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura ambiente (± 25°C). Em (e) e (f) as cargas utilizadas foram 20N e em (g) e (h) as cargas utilizadas foram de 40N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zc- zona de compactação

O vidro de sílica (vidro anômalo) sob um penetrador Vickers em temperatura ambiente exibe uma morfologia de trincas diferente da apresentada pelo vidro comercial alcalino. As figs. 4.22(a-h) ilustram as trincas tipo-cone, lateral, radial, mediana, produzidas por penetração utilizando cargas de 5N, 10N, 20N e 40N. As trincas produzidas na superfície estão indicadas pelas siglas e podem ser vistas nas figs.4.22(a), (c), (e) e (g).

A deformação produzida em torno da penetração é diferente daquela produzida em vidro comercial alcalino, sob as mesmas condições; em alguns casos existe até uma dificuldade em identificar e medir a extensão da trinca radial primária com precisão, pois é elevado o número elevado de trincas radiais secundárias produzidas pela penetração.

Nas figs. 4.22 (b), (d) (f) e (h) são mostrados os danos provocados pela penetração sob a superfície da amostra. Uma característica apresentada pelos vidros anômalos é a formação de uma zona de compactação sob a penetração, indicada pela sigla (Zc). Outra diferença apresentada pelo vidro de sílica em relação ao vidro comercial alcalino é a formação da trinca cônica no lado externo da zona de compactação, indicada nas figuras pela letra (C). O ângulo formado entre uma trinca cônica e a superfície da amostra em sílica fundida produzidas com um penetrador esférico é de 25° [29], entretanto, neste trabalho, numa temperatura em torno de 25°C o ângulo formado entre a trinca cônica produzida por um penetrador piramidal Vickers e a superfície da amostra apresenta uma variação entre 28° e 47°. Além da trinca cônica principal, surgem algumas trincas cônicas menores ao lado externo da trinca principal, formando ângulos menores

com a superfície da amostra. De acordo com o apresentado por Cook e Pharr [2], elas são nucleadas no início do carregamento e fecham no ciclo de descarregamento. As trincas medianas surgem da parte inferior da zona compactada. As trincas laterais também surgem na parte inferior da zona de compactação mas, às vezes, outras trincas laterais surgem da ponta da trinca mediana, como está indicado pelas siglas nas figs. 4.22 (b), (d), (f) e (h).

4.8 EFEITO DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA

4.8.1 Vidro de Sílica em 200°C

Nas figs. 4.23 (a-h), são mostradas as trincas cônica, lateral, radial primária e secundária e mediana, produzidas por penetrações Vickers numa temperatura de 200°C. As cargas utilizadas foram de 5N, 10N, 20N e 40N.



Figs. 4.23(a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura (± 200°C). Em (a) e (b) as cargas utilizadas foram 5N e em (c) e (d) as cargas utilizadas foram de 10N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zc-zona de compactação.



Figs.4.23(e-h). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura ($\pm 200^{\circ}$ C). Em (e) e (f) as cargas utilizadas foram 20N e em (g) e (h) as cargas utilizadas foram de 40N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zc-zona de compactação.

4.8.2 Vidro de Sílica em 400°C

As figs. 4.24(a-h) mostram a sequência de micrografias da superfície e subsuperficíe de penetrações Vickers feitas em ambiente com óleo silicone, em vidro de sílica, obtidas à 400°C.



Figs.4.24(a-d). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura (400°C). Em (a) e (b) as cargas utilizadas foram 5N e em (c) e (d) as cargas utilizadas foram de 10N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zczona de compactação.



Figs.4.24(e - h). Micrografias da superfície e subsuperfície de trincas produzidas em vidro de sílica com um penetrador piramidal Vickers em ambiente com óleo silicone e temperatura (400°C). Em (e) e (f) as cargas utilizadas foram 20N e em (g) e (h) as cargas utilizadas foram de 40N. As siglas representam: C- trinca cônica; Rp- trinca radial primária; Rs- trinca radial secundária; L- trinca lateral; M- trinca mediana e Zczona de compactação.

4.8.3 Novos Experimentos

Nas figs.4.25(a), (b), (c), (d), (e), é mostrado uma sequência de trincas

produzidas por penetração Vickers em temperatura de 400°C utilizando cargas de

3N, 3.5N, 4.2N, 4.6N, 5.3N, respectivamente.



Nas figs. 4.25 não é observado o anel circular em torno da impressão residual, uma das características apresentadas pelo vidro de sílica. Outra característica apresentada nas figs. 4.25(c) e (d) é a formação de trincas laterais, indicadas pela sigla (L), semelhantes a que ocorre em vidro comercial alcalino.

Na tentativa de verificar qual seria o limiar de carga necessário para nucleação da trinca cônica na temperatura de 400°C, foram feitas penetrações nesta temperatura com cargas variando entre 6.1N e 9.3N. As figs. 4.26(a-f) ilustram amostras de vidro de sílica vistas de cima e vistas de lado (seccionadas).



Fig. 4.26 (a-f). Micrografias de penetração Vickers em vidro de sílica, vistas de cima e de lado (seccionadas) em ambiente com óleo silicone, obtidas à 400°C. As cargas utilizadas são de (a) e (b), 6.1N; em (c) e (d), 7.3N; em (e) e (f), 9.3N. As siglas representam: L- trinca lateral; Rp- trinca radial primária; C- trinca cônica.

A partir de observações feitas nas figs.4.25(a-e) sobre a existência de um limiar de carga para a formação da trinca cônica na temperatura de 400°C podemos afirmar, sob um aspecto geral, que existe uma variação de carga na qual não ocorre a nucleação da trinca cônica. Esta variação está em torno de cargas até 5N. Além desta carga e num limite em torno de 8N e 9N, observa-se nas figs.4.26 (a-d), que existe uma região de transição onde ocorreu a formação da trinca cônica somente numa metade da fratura produzida pela penetração. Outro fato que podemos inferir através das figs.4.26 (b) e (d) (seccionadas) é a restrição imposta pela trinca cônica sobre a trinca radial. Esta restrição é observada na metade onde ocorre formação da trinca cônica, diferentemente do que é observado na metade onde não há formação da mesma, ocorre um crescimento maior da trinca radial primária, comentado por Ishikawa e Shinkai [34], como sendo um fenômeno provocado por causa da trinca cônica ser a primeira a nuclear. A trinca lateral é outro exemplo de trinca que sofre restrição em seu crescimento. Este fato é observado tanto na fig.4.26(b) quanto na fig. 4.26 (d).

92

CAPÍTULO V

5.0 DISCUSSÃO

5.1 EFEITOS DA INFLUÊNCIA DA UMIDADE EM TRINCAS

Os resultados apresentados nos gráficos das figs.4.1 e 4.2 mostraram que o comprimento das trincas radiais, no vidro comercial alcalino e no vidro de sílica, apresentaram um aumento percentual médio de 17% e 9,2%, respectivamente. Esse aumento ocorreu principalmente nas primeiras horas de exposição à umidade em ambiente normal.

Por outro lado, em ambiente inerte, o comprimento das trincas radiais tiveram um aumento percentual de 8,7% e 4,5% para o vidro comercial alcalino e vidro de sílica, respectivamente.

A taxa de aumento do comprimento da trincas radiais é reduzido em 50% após a penetração, tanto para o vidro comercial alcalino quanto para o vidro de sílica, com o uso do óleo silicone. Com isso, mostra-se que ele contribui significantemente como isolador entre a amostra e o ambiente (figs. 4.3 e 4.4). Já quando expostas ao ar, o comprimento das trincas radiais sofre um aumento significativo, confirmando a ocorrência do efeito quimiomecânico (apresentado na seção 2.6) na ponta da trinca; reação química conhecida e citada por vários autores [1,24](figs. 4.1 e 4.2). Comparando as figs. 4.6 (a) (penetrações feitas com proteção de óleo silicone) com as figs.4.6(b) (após 12h de permanência das

amostras em água), como observado por Keulen e Dissel [8], a água influência fortemente na formação das trincas laterais, tornando-as visíveis na superfície da amostra.

Outro fato que começa ocorrer tanto no vidro comercial alcalino quanto no vidro de sílica expostos ao ar, sem proteção do óleo silicone, é o fechamento da extremidade da trinca radial seguido de uma pequena diminuição de sua extensão. Observa-se dos gráficos das figs. 4.1 e 4.2 que o fechamento tem início, em geral, quando o tempo de permanência das amostras em contato com o ar está em torno de 30 horas e continua até atingir a estabilidade em torno de 70 horas. Nesse período possivelmente ocorre uma relaxação da tensão residual na amostra produzida pela penetração.

5.2 TENACIDADE À FRATURA

Numa análise dos gráficos da fig.4.12 verifica-se que os valores da tenacidade, K_c obtidos para o vidro comercial alcalino para as cargas de 5N e 10N com a elevação da temperatura para 200°C e 400°C são aproximadamente invariáveis em relação ao seu valor obtido em temperatura ambiente e em concordância com o valor apresentado na literatura que é em torno de 0.75MPa.m^{1/2}, medidos pela mesma técnica [11]. Esta coerência entre os valores obtidos nas temperaturas de 200°C e 400°C é observada na fig.4.11 comparando as curvas pontilhadas P2 (previsão teórica para P contra c^{3/2} a 200°C) com a curva (vermelha) de P conta c^{3/2} obtida experimentalmente, e a curva pontilhada

P4 (previsão teórica para P contra $c^{3/2}$ a 400°C) com a curva (verde) de P contra $c^{3/2}$ também obtida experimentalmente.

A medida que aumenta-se as cargas aplicadas para 20N e 40N, o efeito da temperatura (200°C e 400°C) provoca um decréscimo nos valores calculados para a tenacidade, descrito na tabela IV. Uma possibilidade evidente que pode ter contribuído para o decréscimo dos valores obtidos é o aumento dramático ocorrido na extensão da trinca radial, com o aumento de temperatura (ver gráfico da fig.4.10). Este aumento provocado com a elevação da temperatura é mostrado na fig.4.11, comparando as curvas de P contra c^{3/2} obtidas experimentalmente com as curvas P2 e P4 obtidas teoricamente nas temperaturas 200°C e 400°C. Esta não linearidade apresentada pela curva P contra c^{3/2}, pode ter sido provocado por um aumento da tensão residual ocorrido com a elevação da temperatura [17], ou uma modificação na formação e propagação das trincas.

Observa-se que penetrações feitas com cargas maiores, no nosso caso 20N e 40N, nas temperaturas 200°C e 400°C produzem uma extensão muito maior no comprimento da trinca radial, comparado com a extensão da trinca radial produzida com as mesmas cargas, porém, em temperatura ambiente.

O aumento de temperatura também provoca mudanças em parâmetros utilizados na obtenção de K_c (eq. 2.12). Quando a temperatura é aumentada para 200°C e 400°C produz-se um aumento no parâmetro (E/H)^{1/2} pois, enquanto E é pouco afetado pelo aumento de temperatura (fig.4.8) a dureza H decresce (fig4.7), tanto para o vidro comercial alcalino quanto para o vidro de sílica. Já que nas

penetrações utilizando cargas de 5N e 10N ocorre somente um pequeno aumento na extensão da trinca radial com a variação da temperatura e em cargas de 20N e 40N ocorre um aumento além do previsto (linhas pontilhadas). Esta não linearidade apresentada nas curvas de P contra c^{3/2} obtidas nas temperaturas de 200°C e 400°C surge da extensão excessiva da trinca radial produzida pela combinação das cargas (20N e 40N) e temperaturas 200°C e 400°C, utilizados para o vidro alcalino comercial.

Tentando analisar a ocorrência ou não de uma alteração no comportamento da extensão da trinca com a carga aplicada foi determinado a inclinação das curvas de P contra c^{3/2} obtidas à 200°C e 400°C da fig.4.11 a partir da carga de 20N, indicando uma região de transição entre dois regimes de formação de trincas. Para as cargas de 5N e 10N, o comprimento (c) da trinca, medido do centro da penetração, varia com P^{2/3} (c \propto P ^{2/3}), enquanto que nos pontos finais (20N e 40N), as trincas medidas obedecem uma relação mais próxima à (P \propto c) [2].

Observa-se que para trincas semicirculares espera-se uma relação do tipo $P \propto c^{3/2}$, enquanto que para trinca do tipo Palmqvist a relação entre a carga aplicada P e o comprimento I da trinca é do tipo P \propto I, sendo I medidos a partir dos cantos da impressão [38]. Isto leva a crer na existência de uma modificação na propagação de trincas passando do regime de trincas semicirculares para o regime de trincas do tipo Palmqvist. As características da trinca tipo Palmqvist são

observadas na fig.5.1. As observações da morfologia não permitem comprovar com certeza essa modificação.



Fig.5.1. Desenho representativo mostrando a trinca palmqvist de comprimento l.

Os resultados obtidos para a tenacidade à fratura em vidro de sílica apresentam características distintas em relação aos valores obtidos para o vidro comercial alcalino. Com a elevação da temperatura para 200°C, ocorre uma pequena diminuição dos valores obtidos com o aumento da carga aplicada, não comprometendo a tendência do valor da tenacidade à fratura de permanecer invariante com a elevação da temperatura. Esta tendência pode ser observada na fig.4.15 comparando a curva de P contra c^{3/2}, previsão teórica (curva pontilhada indicada por P2) realizada em 200°C com a curva de P contra c^{3/2} (vermelha) obtida experimentalmente. Da mesma maneira, podemos comparar na fig.4.15 a curva de P contra c^{3/2} obtida experimentalmente à temperatura de 400°C (curva verde) com a curva de P contra c^{3/2} (curva pontilhada indicada por P4) obtida teoricamente e observar uma não coerência entre as duas curvas, principalmente nas cargas utilizadas de 5N, 10N e 20N, onde nessas cargas há um aumento excessivo no comprimento da trinca radial em relação à previsão teórica indicando a discrepância dos valores obtidos para a tenacidade à fratura para essas cargas na temperatura de 400°C, mostrados na tabela VI. Essa discrepância pode estar relacionada com uma possível modificação no regime de propagação de trincas como já mencionado.

Comparando as micrografias ilustradas nas figs. 4.22(a-h), 4.23(a-h) e 4.24(a-h), observa-se que há uma diminuição no número das trincas radiais secundárias e uma diminuição dos danos causados pelo penetrador em torno da impressão residual com a elevação da temperatura. Esses fatores podem ser responsáveis pelo aumento observado na extensão da trinca radial primária com a elevação a temperatura. Para a carga de 5N à 400°C, outro fator que pode ter contribuído com o crescimento da trinca radial pode ser observado na fig.4.24(a) e (b): não observam-se danos em torno da impressão residual e não observa-se a formação da trinca cônica. A trinca cônica, quando nucleada, é citada por J.T.Hagan [29] como sendo uma trinca que restringe o crescimento da trinca radial em vidros de sílica.

5.3 EFEITO DA TEMPERATURA NA MORFOLOGIA

5.3.1 Vidro Comercial Alcalino

Com base nas figs.4.18, 4.20 e 4.21 podemos fazer algumas considerações sobre as mudanças apresentadas pelas trincas com a variação da temperatura: na superfície, além do aumento na extensão da trinca radial, ocorreu a formação de trincas laterais rasas, bem definidas, que podem ser observadas na fig.4.20(g).

Todas as penetrações feitas com cargas de 10N apresentaram trincas radiais secundárias conforme mostra as figs.4.18(c), 4.20(c), 4.21(c); observa-se que a penetração realizada à 400°C apresenta o maior número delas. Esse mesmo fato aconteceu com a carga de 40N em 400°C. Outra influência causada pelo aumento da temperatura, é diminuição do número de trincas radiais, constatada nas penetrações feitas com cargas de 5N realizadas a 400°C. A fig.4.21(a) mostra a existência de três trincas radiais, observando em alguns casos somente duas, ou apenas uma trinca radial.

Sob a superfície existe um padrão na formação das trincas, sendo este definido pela carga. Em temperatura ambiente as penetrações Vickers com cargas de 5N e 10N produzem trincas do tipo semicircular, (Sc) mostradas nas figs.4.18(b) e (d), respectivamente. Na penetração de 10N surgem arestas, citadas como sendo descontinuidades no crescimento da trinca produzidas por pequenas mudanças de direção na tensão principal, perpendicular ao plano mediano, como descrito por Haranoh e Ishikawa [5,34]. Aumentando-se a carga de penetração para 20N, surge a trinca do tipo circular, a qual contém a trinca mediana, ilustrada na fig.4.18(f). A penetração prcduzida pela carga de 40N não apresentou uma forma de trinca bem definida, mostrando traços de uma trinca lateral aparece em todas as penetrações como mostrado nas figs.4.18 (b), (d), (f) e (h). Observa-se que a trinca lateral está bem caracterizada quanto à origem abaixo da zona de deformação na fig.4.18(f). Das amostras penetradas na
temperatura de 200°C somente ocorreu a formação de trinca mediana na penetração com carga de 40N, como indicado na fig.4.20(h). Nas figs.4.20(b) e (d), a letra (I) indica a formação de um tipo de trinca intermediária. Esse tipo é uma fase transiente entre a trinca semicircular e a trinca circular conforme observado por Haranoh e Ishikawa [5]. As trincas laterais são observadas nas figs.4.20(b), (d), (f) e (h) e está bem evidenciada na penetração feita com carga de 5N conforme mostra a figura fig.4.20(b). A penetração feita com carga de 20N, fig.4.20 (f) não apresenta uma forma bem definida , entretanto possui características de uma trinca semicircular. Há produção de arestas nas penetrações com cargas de 10N, 20N e 40N.

Em 400°C também houve o surgimento de arestas com as mesmas cargas. Além disso, todas as penetrações apresentaram trincas laterais como indicado nas figs.4.21. A penetração com carga de 5N produziu uma trinca de forma semicircular, como está mostrada na fig.4.21(b). As figs. 4.21(d) e (f), penetrações feitas com cargas de 10N e 20N, respectivamente, apresentam a formação da trinca tipo intermediário. A fig.4.21(h), cuja penetração foi feita com carga de 40N, não apresenta uma forma bem definida, entretanto, possui características de uma trinca semicircular.

5.3.2 Vidro de Sílica

Os tipos de trincas produzidas na temperatura de 200°C ilustradas nas figs.4.23 (a-h) sob penetração Vickers são as mesmas produzidas em temperatura

ambiente e mostradas nas figs.4.22 (a-h); trinca cônica, lateral, mediana, radial primária e secundária. O aumento de temperatura produziu diferentes características em relação às apresentadas na temperatura ambiente. Ocorreu um aumento da extensão das trincas radiais primárias observadas na superfície da amostra, estendendo-se nitidamente além da região deformada pela penetração, diferenciando-as das trincas radiais secundárias. A região deformada em torno da impressão residual sofreu uma pequena diminuição. Nas amostras secionadas, observa-se a zona de compactação (Zc) bem delineada formada sob a impressão da penetração. As trincas mediana e lateral, observadas e mencionadas por vários autores [1,29,34], iniciam sob a zona de deformação. Elas são observadas nas figs.4.23 (b), (d), (f) e (h), indicadas pelas respectivas siglas (M) e (L). As mudanças detectadas no ângulo formado entre a trinca cônica e a superfície em relação a temperatura ambiente foram de 1º ou 2º, acontecendo aleatoriamente.

Em penetrações realizadas com cargas de 10N, 20N e 40N em temperatura de 400°C, ilustradas nas figs. 4.24 (c-h), ocorreram as mesmas formações de trincas obtidas nas penetrações realizadas em temperaturas ambiente e de 200°C. A influência mais significante observada na penetrações feitas a 400°C, com relação a morfologia das trincas, ocorreu na penetração realizada com carga de 5N. Na superfície da amostra penetrada ilustrada na fig.4.24 (a), não há região deformada em torno da penetração nem mesmo ocorre a formação de um círculo em torno da impressão residual que é a característica apresentada pela formação da trinca cônica na superfície da amostra penetrada. Somente ocorreram formações de trincas radiais primárias e secundárias.

Na fig. 4.24(b) está ilustrada a morfologia da amostra seccionada. A característica apresentada é a não formação da trinca cônica, citada por J.T. Hagan [29], como sendo uma trinca dominante em vidro de sílica. De acordo com Cook e Pharr [2], a forma específica pela qual a trinca se forma e sua seguência depende e é fortemente influenciada pelo parâmetro do material f(E/H). A esse respeito, na curva apresentada pelo parâmetro f(E/H) na fig.4.9 (b) o valor deste, obtido na temperatura de 200°C para o vidro de sílica é aproximadamente igual ao valor do mesmo para o vidro comercial alcalino na temperatura ambiente. De acordo com o modelo proposto por Cook e Pharr [2], esta situação deveria conduzir a uma mesma formação e seguência de trincas para os dois materiais, entretanto, esse fato não foi observado; as trincas formadas em vidro de sílica nessa temperatura são totalmente diferente das formadas em vidro comercial alcalino à temperatura ambiente. É sabido que a densificação permanente aumenta com o aumento da temperatura [23], entretanto, devido a ausência de dados na literatura que permitissem avaliar o valor do parâmetro (ver seção 3.6), a curva ilustrada na fig.4.9 (b) foi obtida com valores máximos de f(E/H), consequentemente, o valor do parâmetro f(E/H) para o vidro de sílica obtido à 400°C deve ser próximo ou igual ao valor do parâmetro f(E/H) do vidro alcalino à temperatura ambiente. Com isso espera-se uma mesma formação de trincas entre os dois materiais. Isso foi observado nas penetrações realizadas com cargas de 5N à 400°C fig. 4.24(b). Na zona de deformação da fig.4.24 (a) existe um núcleo de densificação muito pequeno que pode ser observado com o auxílio do desenho representativo da fig.5.2.



Fig.5.2. Desenho representativo indicando por (Zc) a zona de compactação (densificação) e por (zd) a zona de deformação.

Possivelmente, para que ocorra o surgimento dessas trincas, é necessário a formação de um núcleo apropriado na zona de densificação, através do qual a trinca possa ser nucleada em forma de anel na superfície, a partir de uma carga crítica, pois é observado nas figs. 4.24 (c-h) o surgimento da zona de densificação suficiente para promover o surgimento da trinca cônica guando as cargas de penetração são aumentadas para carga, 10N, 20N e 40N. Observa-se também em pequenas cargas onde supostamente não há zona de deformação, a nucleação de trincas radiais. É sabido da literatura [2] que as trincas radiais surgem no vidro de sílica logo após a nucleação da trinca cônica, durante o carregamento em temperatura ambiente. Com a supressão da trinca cônica à 400°C pode ocorrer que as trincas radiais sejam nucleadas durante o descarregamento, conforme é observado no vidro comercial alcalino em temperatura ambiente. Conforme a fig.2.27(a) é esperado que com a densificação não ocorra o surgimento de trincas radiais durante o carregamento, porém, é observado em sílica à temperatura ambiente que, logo após o surgimento da trinca cônica, surgem as trincas radiais ainda no carregamento. Isto provavelmente se deve a alteração na distribuição de tensão do campo elástico produzido pelo penetrador devido ao surgimento da trinca cônica [2].

Do ponto de vista da mecânica da fratura, o não surgimento da trinca cônica devido a elevação da temperatura, implica que ocorreu uma modificação no campo de tensão produzido pela penetração e, com isso, pode ocorrer uma mudança na sequência de formação das trincas. Sob outro aspecto, podemos considerar que o vidro de sílica à 400°C possui algumas características mecânicas semelhante ao vidro comercial alcalino em temperatura ambiente.

Com o aumento da temperatura ocorreu uma diminuição no valor da dureza, sendo pequena a variação do módulo elástico. Isto proporcionou uma variação na razão (E/H). Esse fato deveria modificar, segundo os modelos existentes, o comportamento do vidro de sílica, aproximando-o para um comportamento do tipo de vidro comum. Analisando a previsão de surgimento de trincas utilizando a variação do parâmetro f(E/H) dentro do modelo proposto por Cook e Pharr [2], verifica-se que apesar da variação dos parâmetros, não ocorreram as modificações previstas para a sequência de formação dos tipos de trincas características de cada vidro. A hipótese de que o comportamento dos dois materiais deveria ser semelhante com a elevação da temperatura foi parcialmente verificada, principalmente para cargas baixas, onde não ocorreram trincas cônicas. Os resultados apresentados na morfologia das trincas mostram que o padrão de trincas formados em vidro alcalino é diferente do padrão de trincas formados em vidro de sílica. Uma das hipóteses iniciais foi considerar que a densificação do vidro de sílica permanece a mesma com a elevação da temperatura. Não foram encontrados trabalhos que mostrem como a densificação varia com temperatura. Porém, um resultado isolado [23], indica que a densificação deve aumentar. Analisando a geração de trincas no vidro de sílica, pode-se chegar a conclusão de que após o contato do penetrador pontiagudo na superfície do vidro forma-se uma região semicircular onde o vidro está densificado. O campo de tensões a uma certa distância corresponderia então ao de um penetrador esférico que leva à geração de trincas cônicas. Como no vidro alcalino não ocorre densificação o padrão de tensões continua sendo o de um penetrador pontiagudo que não gera trincas cônicas. Esta diferença pode ser a de maior importância nas diferenças entre os dois tipos de morfologia de trincas observadas.

As técnicas de penetração são utilizadas na simulação de danos oriundos através da incidência de micro partículas em superfícies frágeis, produzindo basicamente os mesmos danos que são observados em fenômenos de desgaste. O contato permanente dessas micro-partículas pode causar remoção da superfície, resultando em erosão e desgaste. Com isso, estes resultados podem ser utilizados como uma base para estudos de danos em superfícies causados por desgastes em temperaturas mais elevadas.

CAPÍTULO VI

CONCLUSÃO E TRABALHOS FUTUROS

6.1 Conclusões

O estudo da influência do ambiente e do efeito da temperatura sobre as propriedades mecânicas e sobre a morfologia das trincas sob penetração Vickers em vidro alcalino comercial e vidro de sílica levou às seguintes conclusões:

- A água influencia na propagação das trincas e promove mudanças sobre elas tanto em vidro comercial alcalino quanto em vidro de sílica.

- O valor da dureza Vickers para o vidro comercial variou de 5.8 GPa em temperatura ambiente para 4.1GPa na temperatura de 400°C. Para o vidro de sílica a variação foi de 6.3 à 4.2 na mesma variação de temperatura utilizada para o vidro comercial.

- Com a elevação da temperatura existe uma região de transição, na qual, a trinca radial (c) passa de um regime onde a dependência de c é proporcional a P^{2/3} (c $\propto P^{2/3}$), para outro obedecendo uma relação onde (c) é proporcional à (c $\propto P$). Isto pode estar relacionado a uma evolução de um padrão de trincas do tipo semicircular para um padrão de trincas do tipo Palmqvist.

- As trincas formadas em vidro comercial alcalino obedecem um determinado padrão dependente da carga aplicada. Em temperatura ambiente, para as cargas baixas (5N e 10N) ocorre a formação da trinca do tipo semicircular, passando em seguida a uma fase chamada de intermediária e por fim, é formada a trinca do tipo circular. Com a elevação da temperatura à 400°C não ocorreu a formação da trinca circular.

- Ocorreu nucleação de trincas medianas (do tipo circular) em vidro comercial alcalino na penetração realizada com carga de 20N e 40N em temperatura ambiente, como observado por Haranoh e Ishikawa [34].

- Para o vidro comercial alcalino não ocorreu formação de trinca cônica sob penetração Vickers em nenhuma das temperaturas e cargas utilizadas.

- Em penetrações realizadas com cargas de 5N e na temperatura de 400°C ocorre a supressão de trincas radiais primárias em vidro comercial alcalino indicando um aumento da carga crítica para nucleação das trincas radiais.

- A temperatura exerce maior influência sobre a extensão das trincas radiais primárias produzidas com cargas de 20N e 40N, em vidro comercial alcalino.

- Com aumento da temperatura ocorre uma diminuição na quantidade das trincas radiais secundárias, em vidro de sílica.

- A presença da trinca cônica em vidro de sílica restringe o desenvolvimento das trincas radiais primária e lateral, justamente por ser nucleada primeira.

 Possivelmente a densificação é responsável pela nucleação da trinca cônica, e esta, quando nucleada altera o campo de tensões produzido pela carga aplicada, atuando desfavoravelmente à nucleação da trinca radial, quando comparado com o vidro alcalino. - Não ocorreu nucleação da trinca cônica em vidro de sílica à 400°C com baixas cargas (até 5N).

 Diminuição da tenacidade à fratura com a temperatura considerando as trincas como semicirculares.

 O parâmetro ξ para o vidro de sílica é muito menor que o esperado já que as trincas radiais não se estendem de acordo com o esperado pelo modelo. Isto se deve a geração de trincas cônicas.

6.2 Sugestões para Trabalhos Futuros

- Realizar penetrações em temperaturas maiores para verificar se há supressão da trinca cônica para cargas maiores do que 5N.

- Realizar penetrações com cargas maiores em alta temperatura para confirmar se há formação de trincas de Palmqvist nas trincas seccionadas, confirmando assim através de observação a transição em altas temperaturas de trincas do tipo semicircular para trincas do tipo de Palmqvist.

- Realização de penetrações em vidro alcalino na temperatura de nitrogênio líquido numa tentativa de verificar, de acordo com a variação do parâmetro f(E/H), a ocorrência de densificação e posteriormente a formação da trinca cônica.

 Criar um sistema que possibilite fazer observações "in situ" das penetrações realizadas em alta temperatura, para verificar se há ou não mudança na sequência de formação das trincas em alta temperatura e na ausência da trinca cônica.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] LAWN, B.R. & Wilshaw, T.R, J. Mater. Sci., **10** (1975) 1049.
- [2] COOK, R.F & Pharr, G.M., J. Am. Ceram. Soc., 75 [4] (1990) 787-817.
- [3] FRANK, F.C. e Lawn, B.R.: <u>On the theory of Hertzian Fracture</u>. Proc. R. Soc., London A, A229, (1967) 291-306.
- [4] LAWN, B.R., Evans, A.G., Marshall, D.B., Am. Ceram. Soc. Bulletin, 63 (9-10) (1980) 574-581.
- [5] HARANOH, T., Ishikawa, H., Shinkai, N. e Mizuhashi, M., J. of Mater.Sci., 17 (1982) 1493-1500.
- [6]LAWN, B.R., Swain, M.V., J. of Mater. Sci., 10 (1975) 113-122.
- [7] MARSHALL, D.B., Lawn, B.R., Evans, A.G., J. Am. Ceram. Soc., 65.
- [8] KEULEN, N.M., Dissel, M., Glass Technology, 34, 5 (1991) 200-205.
- [9] YOFFE, E.H., Philos Mag.A, 46 (1982) 617-
- [10]MARSHALL, D.B.; Lawn, B.R., Amer. Society for Testing and Materials, (1986) 26-46
- [11] ANTIS, G.R.; Chantikul, P.; Lawn, B.R. and Marshall, D.B., J.Amer. Ceramic Society, 64, 9 (1981) 533-38.
- [12] ARAUJO, E.B., Revista Brasileria do Ensino de Física, **19**, 3(1997) 325.
- [13]VLACK, V., Hall, L. : Propriedades dos Materiais Cerâmicos; São Paulo, USP (1973) 55-56.
- [14]CALLISTER, J.; Willian D.: <u>Materials Science and Engineering: an</u> <u>Introduction</u>. 2nd.
- [15]ANDERSON, J.C.: Materials Science . 4th ed. ,211
- [16]VLACK, V.; Hall, L.: <u>Princípio de ciências e tecnologia dos materiais</u>. Rio de Janeiro: Campus (1984) 32-33.
- [17]McCOLM, I.J.: Ceramic Hardness. University of Bradford- Bradofrd England.

[18]HAYDEN, H.W.: Propriedades Mecánicas- México, 1968.

- [19]LAWN, B.R.: <u>Fracture of Brittle Solids</u>. 2nd ed. Cambridge University Press, London, Chapter 1.
- [20]LAWN, B.R.: <u>Fracture of Brittle Solids</u>. 2nd ed. Cambridge University Press, London, Chapter 9.
- [21]LAWN, B.R.: <u>Fracture of Brittle Solids</u>. 2nd ed. Cambridge University Press, London, Chapter 2.
- [22]LAWN, B.R.: <u>Fracture of Brittle Solids</u>. 2nd ed. Cambridge University Press, London, Chapter 8.
- [23]BRIDGMAN, P.W.; Simon I., J. of Applied Physics, 24, 4 (1953) 405-413.
- [24]LAWN, B.R.: <u>Fracture of Brittle Solids</u>. 2nd ed. Cambridge University Press, London, Chapter 6.
- [25]SGLAVO, V.M.; Green, D.J.: Acta Metall. Mater, 43, 3 (1995) 965-972.
- [26]Corning Incorporated . Advanced Products- Mp21-4 New Tork.
- [27]MOODY, N.R.; Robinson, S.L.; Hanrock, J. and Hwang, H.: Scripta Metallurgica et Materilia, **32**, 5 (1995) 743-748.
- [28]HAGAN, J.T.; Swain, M.V.: J.Phys. D: Appl. Phys, 11, (1978) 2091-2101.
- [29]HAGAN, J.T.: J.of Materials Science, 14, (1979) 462-466.
- [30]FISCHER, A.C.: J. of Materials Science, 32 (1997) 727-736.
- [31]BROTZEN, F.R.: International Materials Reviews, 39, 1 (1994) 24-45.
- [32]TANAKA, k. : J. of Materials Science, 22, (1987) 1501-1508.
- [33]LAMBROPOULOS, J.C., Xu, S. and Fang, T. : J.Am.Cer. Soc., **79**, 6 (1996) 1441-52.
- [34]ISHIKAWA, H.; Shinkai, N. : Communication of the Amer. Ceramic Society, (1982) c-124 à c-127.
- [35]HAGAN, J.T.: J. of Materials Science, **15**, (1980).
- [36]LAWN, B.R.; Dabbs, T.P.; Fairbanks, C.J.: J. of. Materials Science, **18** (1983) 2785-97.
- [37]JOHNSON, K.L.: J. Mech. Phys. Solids, 18 (1970) 115.
- [38]LANKFORD, j.: j. of Mat. Sci. Letters, 1 (1982) 493-495.