MEDIDAS DE TENACIDADE A FRATURA EM AMOSTRAS VITROCERÂMICAS

Gabriela de Oliveira Dogado (PIBIC/CNPq/UEPG), Iolanda Cristina Justus Dechandt (coautora), Prof. Dr. Francisco Carlos Serbena (Orientador), e-mail: fserbena@uepg.br.

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Física.

Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não metálicos, Cerâmicos.

Palavras-chave: Tenacidade a fratura, vitrocerâmica, propriedades mecânicas.

Resumo

A caracterização mecânica de materiais vitrocerâmicos que podem substituir estruturas ósseas é um assunto de grande importância tecnológica. As principais características dos biomateriais são propriedades biomecânicas o mais semelhante possível ao do osso e com bioatividade suficiente para se ligar ao osso vivo e a tecidos moles [1]. Uma alternativa para a melhora das propriedades mecânicas de vidros bioativos tem sido a cristalização de fases cristalinas no seu volume [2]. A alta tenacidade e resistência mecânicas destes vitrocerâmicos fizeram com que sejam utilizados com sucesso na substituição do osso cortical. Uma vitrocerâmica com cristalização no volume é a do sistema $Li_2O.2SiO_2$ (LS_2) na substituição do osso cortical em aplicações dentárias. [3].Tendo em vista o grande potencial de aplicação da vitrocerâmica do sistema LS_2, surge como proposta deste trabalho a medida da tenacidade a fratura utilizando o método de entalhe Chevron, o qual é aprovado pela norma ASTM [4]. Análises posteriores serão realizadas para a caracterização microestrutural das amostras em função da fração cristalizada.

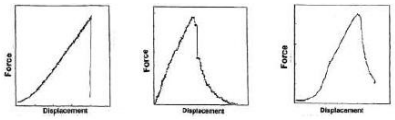
Introdução

Quando tratados termicamente, os materiais vítreos são transformados em vitrocerâmicas com diferentes frações volumétricas, sendo estas frações controladas pelos parâmetros de tratamento térmico. Na vitrocerâmica de sistema $Li_2O.2SiO_2$ (LS_2) estudada, a fase cristalina é estequiométrica com a matriz e também os cristais são esféricos e nucleiam no volume. A alta tenacidade e resistência mecânicas de vitrocerâmicos, são propriedades importantes visto que esses materiais são utilizados com sucesso na substituição do osso cortical. Um método certificado pela ASTM, é o método do Entalhe Chevron, visto que respeita a norma C1421-10. Para este experimento, utilizamos de padrões voltados a esse método e analisamos os resultados. Para a caracterização mecânica o método de flexão a três pontos é de grande relevância para a investigação da energia de fratura em vitrocerâmicos. A velocidade de aplicação de carga das amostras é mantida constante para garantir a propagação estável da trinca. Em geral os testes tradicionais para determinação da energia de fratura são lentos e dependendo de suas características intrínsecas e de suas dimensões podem demorar um longo período de tempo.

Materiais e Métodos

Na preparação das amostras de LS_2, utilizou-se a norma C1421-10, a qual detalha o corte específico das amostras, uma amostra foi preparada com dimensões de 40 mm x 3mm x 4mm e mais três amostras foram preparadas com dimensões de 25 mm x 3mm x 4mm. Após o corte dessas amostras, o tratamento térmico foi

realizado, com 72 horas para a nucleação a 455ºC e 2h40min para o crescimento dos cristais a 553ºC.Após o lixamento, houve o polimento, onde foi utilizado um pano com suspensão de óxido de cério. Para a preparação do entalhe Chevron, utilizou-se também, a norma C1421-10 para as medidas especificas de corte. A máquina de corte é constituída por um dispositivo de posicionamento X-Y e um suporte de corpo de prova que permite variação do ângulo de corte. Esse dispositivo foi planejado, construído e desenvolvido por nós. Foi utilizado um disco diamantado, especifico para materiais vitrocerâmicos com espessura de 0,3 mm. O procedimento seguiu a seguinte sequencia operacional: I) nivelamento da máquina de corte; II) fixação do dispositivo de posicionamento X-Y alinhado à máquina de corte; III) determinação da profundidade de corte, essa com Y igual a 162 mm IV) realização de cortes inclinados no meio da amostra, feitos com o corpo de prova a 65º em relação ao eixo do disco de corte, primeiro num sentido, depois no outro. A caracterização mecânica foi realizada através de ensaio de flexão em três pontos em uma máquina de ensaio universal Shimadzu. Para isso, a amostra é colocada sobre o suporte voltada com o entalhe Chevron para baixo, e a velocidade do deslocamento utilizada é lenta, a qual foi de 0,5 mm/min para a amostra de 40mm x 3mm x 4 mm e de 0,1 mm/min para as amostras de 25 mm x 3mm x 4mm. Após a caracterização mecânica, é plotado um gráfico de força x deslocamento, onde determina a energia consumida para cada intervalo de propagação da trinca, com base no conceito de que a área sob a curva desse gráfico fornece a energia consumida no processo de fratura. Os gráficos estão representados na figura 1.



(a) (b) (c)

Figura 1: Gráficos de Força x Deslocamento em um ensaio de flexão de 3 pontos [4]

Para a Figura 1a, diz-se que esse comportamento é de uma extensão instável da trinca, para a Figura 1b o comportamento é de pop-in, no qual ocorre uma queda repentina de carregamento devido ao consumo de energia proveniente da formação de uma nova interface. Já para na Figura 1c ocorre uma extensão estável da trinca, o qual é o resultado considerado válido para esse teste. Para o cálculo da tenacidade a fratura K_{Ipb}, são utilizadas as equações 1 e 2 onde g é uma constante definida a partir da razão entre a profundidade do entalhe a e a espessura da amostra W, da largura da amostra B, da carga máxima P_{max} e o valor entre os suportes da máquina de flexão de 3 pontos S_0.

$$g = g(a/W) = \frac{1.99 - [a/W][1 - a/W][2.15 - 3.93[a/W] + 2.7[a/W]^2]}{1 + 2[a/W]} \quad (1)$$

Os valores de a e W foram obtidos das medidas das amostras ensaiadas através de microscopia ótica.

$$K_{Ipb} = g\left[\frac{P_{max}S_0 10^{-6}}{BW^{3/2}}\right]\left[\frac{3[a/W]^{1/2}}{2[1-a/W]^{3/2}}\right] \quad (2)$$

Resultados e Discussão

Os valores de tratamento térmico foram de 72 horas para a nucleação a 455ºC e 2h40min para o crescimento dos cristais a 553ºC. Na Figura 2 temos uma amostra vitrocerâmica de LS_2 com fração cristalizada de 44,6% obtida através do tratamento térmico.

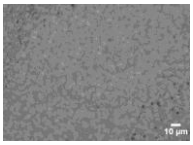


Figura 2: Amostra vitrocerâmica de LS_2 com fração volumétrica cristalizada de 44,6% obtida através dos tratamentos térmicos de nucleação e crescimento.

A figura 3 apresenta a imagem obtida por microscopia ótica por transmissão obtida na resolução de 1000x para análise do tamanho do grão.

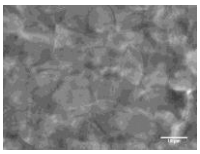


Figura 3: imagem microscópica para análise de tamanho de grão na amostra tratada termicamente de LS_2.

Após a análise do diâmetro do grão, obteve-se medidas de 15 µm, 15 µm e 17µm, resultando em um tamanho médio de cristal de 16 µm. Na caracterização mecânica pelo ensaio de flexão de três pontos para determinação da tenacidade à fratura do material de medidas de 40mm x 3mm x 4mm, foi utilizado uma velocidade de 0,5 mm/min. O gráfico plotado de Força x Deslocamento, apresentou a seguinte curva representada na Figura 4:

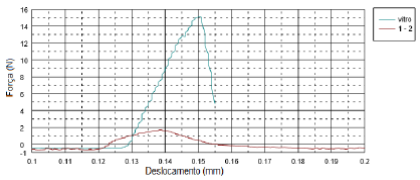


Figura 4: Gráfico de Força x Deslocamento em um ensaio de flexão de 3 pontos para a amostra de 40mm x 3mm x 4 mm.

Para este gráfico, pode-se atribuir que seu comportamento foi igual a Figura 1c, apresentando uma curva de extensão estável da trinca. Verificando microscopicamente o que ocorreu no material, foi retirado uma foto do entalhe Chevron após o teste de flexão de 3 pontos, essa está representada na Figura 5:



Figura 5: Imagem microscópica do entalhe Chevron na amostra vitrocerâmica de LS_2 com medidas de 40 mm x 3mm x 4mm após a caracterização mecânica.

Para o cálculo de K_{Ipb}, utilizou-se as seguintes medidas da tabela 1:

Tabela 1: Medidas para calcular a tenacidade a fratura.

A (m)	W (m)	S_o (m)	B (m)	P (N)
$0,8 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-3}$	30×10^{-3}	$3,0 \times 10^{-3}$	15,1687

Resultando nos valores de K_{Ipb} igual a 1,90 $MPa.m^{1/2}$. Na caracterização mecânica pelo ensaio de flexão de 3 pontos para as três amostras de medidas 25mm x 3mm x 4mm, foi utilizado uma velocidade de 0,1mm/min. Os gráficos plotados de Força x Deslocamento, apresentaram as seguintes curvas representadas na Figura 6:

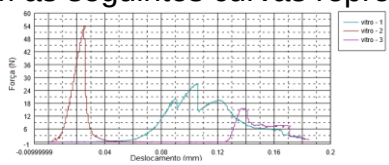


Figura 6: Gráfico de Força x Deslocamento em um ensaio de flexão de 3 pontos para as amostras de 25mm x 3mm x 4 mm.

Para este gráfico, pode-se atribuir que o comportamento da amostra 2 foi igual a Figura 1a, apresentando uma curva de extensão instável da trinca. Para as amostras 1 e 3, pode-se atribuir ao comportamento da Figura 1b, no qual ocorre uma queda repentina de carregamento devido ao consumo de energia proveniente da formação de uma nova interface. Esse comportamento pode ser atribuído ao fato de que a amostra 1 não fraturou no entalhe Chevron, e sim em uma região na qual ela já estava trincada provavelmente devido a tensões residuais entre as fases vítrea e cristalina inerentes ao material vitrocerâmico. Para o cálculo de K_{Ipb}, utilizou-se as seguintes medidas da tabela 2:

Tabela 2: Medidas para calcular a tenacidade a fratura.

	A (m)	W (m)	S_0 (m)	B (m)	P (N)
Amostra 1	$0,4 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-3}$	19×10^{-3}	$3,0 \times 10^{-3}$	27,2437
Amostra 2	$0,1 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-3}$	19×10^{-3}	$3,0 \times 10^{-3}$	54,1469
Amostra 3	$0,3 \times 10^{-3}$	$4,0 \times 10^{-3}$	19×10^{-3}	$3,0 \times 10^{-3}$	15,7687

Resultando nos valores de K_{Ipb} para a amostra 1 igual a 2,86 $MPa.m^{1/2}$, 2,61 $MPa.m^{1/2}$ para a amostra 2 e 1,39 $MPa.m^{1/2}$ para a amostra 3. A média dos valores medidos da tenacidade a fratura pelo método de entalhe Chevron K_{Ipb} foi de $2,2 \pm 0,7$ $MPa.m^{1/2}$. Esse valor está dentro da margem de erro do valor obtido pelo método de torsão dupla que foi de 1,8 $MPa.m^{1/2}$ [4].

Conclusões

A obtenção de entalhes Chevron em amostras vitrocerâmicas demonstrou ser muito dependente da habilidade manual do operador pela dificuldade na produção de entalhes simétricos e com as dimensões dentro da norma C1421-10, pois essas medidas resultaram de forma direta no valor da tenacidade a fratura da vitrocerâmica LS_2, e nas curvas de Força x Deslocamento. O sistema de produção do entalhe Chevron deve ser aperfeiçoado para diminuir a influência da habilidade do operador na sua qualidade.

Agradecimentos

Meus agradecimentos às agências brasileiras CNPq e CAPES pelo apoio financeiro e também aos Departamentos de Física e de Engenharia de Materiais da UEPG pela disponibilização da infraestrutura para realizar os ensaios referentes ao projeto. Ao Prof. Dr. Francisco Carlos Serbena por oferecer seu projeto e ajuda com o esclarecimento de todas as dúvidas que surgiram ao longo do trabalho.

Referências

[1] L.L. Hench, Bioceramics: **from concept to clinic, Journal of the American Ceramic Society**.1991, p 1487–1510.
[2] O.P. Filho, G.P. La Torre, L.L. Hench, **Effect of crystallization on apatite-layer formation of bioactive glass 45S5, Journal of Biomedical Materials Research.** 1996, p 509–514.
[3] F.C. Serbena, I. Mathias, C.E. Foerster, E.D. Zanotto, **Crystallization toughening of a model glass-ceramic, Acta Materialia**. 2015, p 216–228.
[4] C 1421 – **Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature, ASTM International.**