

unesp  **UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**
“JÚLIO DE MESQUITA FILHO”
CAMPUS DE GUARATINGUETÁ

CAMILA CRISTINA SILVA DO PRADO
SILVIA SHIBATA

FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA E O CONCEITO DE
TENACIDADE À FRATURA PARA A ANÁLISE DO
EFEITO DE CHOQUES TÉRMICOS EM TiO₂

Guaratinguetá
2012

CAMILA CRISTINA SILVA DO PRADO
SILVIA SHIBATA

FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA E O CONCEITO DE
TENACIDADE À FRATURA PARA A ANÁLISE DO
EFEITO DE CHOQUES TÉRMICOS EM TiO₂

Trabalho de Graduação apresentado ao Conselho de Curso de Graduação em Engenharia de Materiais da Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, como parte dos requisitos para obtenção do diploma de Graduação em Engenharia de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein

Co-orientadora: Prof^a. Ma. Kamila Amato de Campos

Guaratinguetá
2012

P896f	<p>Prado, Camila Cristina Silva do Fractografia quantitativa e o conceito de tenacidade à fratura para a análise do efeito de choques térmicos em TiO₂ / Camila Cristina Silva do Prado, Silvia Shibata – Guaratinguetá : [s.n], 2012. 72 f. : il. Bibliografia: f. 69-72</p> <p>Trabalho de Graduação em Engenharia de Materiais – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012. Orientador: Prof. Dr. Luis Rogério de Oliveira Hein Coorientadora: Kamila Amato de Campos</p> <p>1. Dioxido de titânio 2. Fractografia I. Silvia Shibata II. Título</p> <p>CDU 669.295</p>
-------	---

UNESP  UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá

**“FRACTOGRAFIA QUANTITATIVA E O CONCEITO DE TENACIDADE
À FRATURA PARA A ANÁLISE DO EFEITO DE CHOQUES TÉRMICOS EM
TiO₂”**

**CAMILA CRISTINA SILVA DO PRADO
SILVIA SHIBATA**

ESTE TRABALHO DE GRADUAÇÃO FOI JULGADO ADEQUADO COMO PARTE DO
REQUISITO PARA OBTENÇÃO DO DIPLOMA DE
“GRADUADO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS”

APROVADO EM SUA FORMA FINAL PELO CONSELHO DE CURSO DE
GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MATERIAIS


Prof. Dr. Marcos Valério Ribeiro
Coordenador

BANCA EXAMINADORA:


Prof. Dr. LUIS ROGERIO DE OLIVEIRA HEIN
Orientador/UNESP-FEG


Profa. M.Eng. KAMILA AMATO DE CAMPOS
UNESP-FEG


Eng. SAMIA DANUTA BREJÃO DE SOUZA
UNESP-FEG

Dezembro de 2012

DADOS CURRICULARES

CAMILA CRISTINA SILVA DO PRADO

NASCIMENTO	30.06.1987 – São José do Barreiro / SP
FILIAÇÃO	Paulo Roberto do Prado Wilma Maria da Silva Prado
2006 / 2012	Curso de Graduação Engenharia de Materiais - Universidade Estadual Paulista

DADOS CURRICULARES

SILVIA SHIBATA

NASCIMENTO	08.08.1987 – São Paulo / SP
FILIAÇÃO	Mário Yukio Shibata Dóris Rosania Santa Rosa Shibata
2007 / 2012	Curso de Graduação Engenharia de Materiais - Universidade Estadual Paulista

DEDICATÓRIA

De modo especial, aos nossos pais, pelo incansável incentivo durante todos estes anos de graduação.

AGREDECIMENTOS

Em primeiro lugar agradecemos a Deus, fonte da vida e da graça. Agradecemos por nossas vidas, por nossa inteligência, por nossa saúde, por nossas famílias e amigos; ao nosso orientador, *Prof. Dr. Luis Rogerio de Oliveira Hein* que sempre nos incentivou, agradecemos pela dedicação, auxílio, empenho e por toda a amizade nestes anos de graduação;

a nossa co-orientadora *Prof^a. Ma. Kamila Amato de Campos* que nos auxiliou sempre de maneira correta, pelo auxílio e pela amizade cada vez mais evidente;

ao aluno de graduação *Daniel Murasawa* por toda ajuda e dedicação;

aos professores do departamento de Materiais, por toda a instrução e experiência, sendo estas necessárias para a nossa formação profissional;

aos técnicos do Departamento de Materiais, em especial aos técnicos, Wilson, Neto e Mané, pela disposição e atenção sempre quando requerida;

as funcionárias da Biblioteca do Campus de Guaratinguetá pela dedicação, presteza e principalmente pela vontade de ajudar;

aos nossos amigos que nos proporcionaram momentos de grande cumplicidade, sendo momentos estes responsáveis por nossa formação quanto pessoa;

por fim, agradecemos de maneira especial à nossas famílias, que nos momentos mais difíceis nos apoiaram, sempre com muito amor, carinho e um grande respeito.

EPÍFAGRE

**“A mente que se abre a uma nova ideia
jamais voltará a seu tamanho original.”**

Albert Einstein

PRADO, C. C. S.; SHIBATA, S. **Fractografia Quantitativa e o Conceito de Tenacidade à Fratura para Análise do Efeito do Choque Térmico em TiO₂**. 2012. 72 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

RESUMO

O presente trabalho avalia o emprego do ensaio de flexão semicircular (SCB) como alternativa ao ensaio de flexão convencional para a análise do efeito de choque térmico. Ainda, estuda o comportamento das superfícies de fratura geradas pela análise do comportamento monofractal, que permite avaliar as contribuições da microestrutura e do contexto mecânico na formação de relevos durante a propagação de trincas. A análise fractal é feita a partir de mapas de elevação obtidos pelo método de reconstrução por extensão do foco de pilhas de imagens digitais adquiridas em microscópio óptico. Os corpos de prova empregados foram amostras semicirculares prensadas de TiO₂ (rutilo) com e sem choque térmico, preparadas para ensaios em modo I de carregamento. Foram produzidos também, corpos de prova em forma de barras para análise estatística de Weibull. A partir do ensaio de flexão três pontos, foi possível verificar a variação da resistência à fratura entre as amostras após a realização do choque térmico e na condição natural. O ensaio SCB mostrou-se viável para a análise da resistência a choques térmicos. Os resultados demonstraram que o valor da tenacidade à fratura diminui com o tratamento de choque térmico.

PALAVRAS CHAVES: titânia, choque térmico, ensaio SCB, análise fractal.

PRADO, C. C. S.; SHIBATA, S. **Fractografia Quantitativa e o Conceito de Tenacidade à Fratura para Análise do Efeito do Choque Térmico em TiO₂. 2012.** 72 f. Trabalho de Graduação (Graduação em Engenharia de Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2012.

ABSTRACT

The present study evaluated the use of semicircular bending test (SCB) as an alternative to conventional bending test to examine the effect of thermal shock. Still, studies the behavior of fracture surfaces generated by monofractal behavior analysis, which allows us to evaluate the contributions of the microstructure and the mechanical context in forming reliefs during the crack propagation. The fractal analysis is made from elevation maps obtained by reconstruction method by extension of the focus stacks of digital images acquired in microscope. The specimens used were samples semicircular pressed TiO₂ (rutile) with and without heat shock, prepared for testing mode I loading. Were also produced, specimens in the form of bars for Weibull statistical analysis. From the three-point bending test, we found the variation of fracture toughness between the samples after the heat shock and natural condition. The SCB test was feasible for the analysis of thermal shock resistance. The results showed that the value of the fracture toughness decreases as the heat shock treatment.

KEYWORDS: titania, thermal shock test, SCB (semi - circular bending), fractal analysis.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Fluxograma esquemático do processamento cerâmico (COSTA, 2006).....	20
Figura 2 - (a) anatase; (b) brookita; (c) rutilo (COSTA, 2006).....	23
Figura 3 - Estruturas da titânia na forma de rutilo e anatase (BARSOUM, 2006).....	24
Figura 4 - Cristal de titânia (BARSOUM, 2006).....	24
Figura 5 - Esquema da prensagem uniaxial (ALBERO et al., 2000)	25
Figura 6 - Esquema da prensagem isostática (ALBERO et al., 2000)	26
Figura 7- Ensaio SCB (AYATOLLAHI et al., 2005).....	33
Figura 8 - Exemplo de uma estrutura fractal retratando a característica de auto semelhança (Adaptação de ASSIS et al. 2007).....	34
Figura 9- Quatro primeiros níveis para a construção da curva Koch (Adaptação ASSIS et al. 2007).....	36
Figura 10 - Amostra sendo submetida ao ensaio SCB.....	41
Figura 11 - Propagação da trinca em uma amostra de cerâmica com choque térmico em ensaio SCB.....	43
Figura 12 - Pilha de imagens com movimento progressivo da objetiva.....	43
Figura 13 - Imagem totalmente focada de uma amostra: (a) condição natural; (b) com choque térmico.....	43
Figura 14 - Mapa de elevação, amostra 15, posição 1: (a) condição natural; (b) com choque térmico	44
Figura 15 - Mapa de elevação 3D, amostra 15, posição 1: (a) condição natural; (b) com choque térmico	44
Figura 16 -Cálculo da dimensão monofractal com o uso do método <i>Box-counting</i> onde o coeficiente angular da reta é igual a dimensão fractal	45
Figura 17 - Método estatístico de <i>Weibull</i> para a condição natural	48
Figura 18 - Método estatístico de <i>Weibull</i> para a condição com choque térmico	50
Figura 19 - Método estatístico de <i>Weibull</i> para a condição natural (SCB) – Tenacidade à Fratura.....	54

Figura 20 - Método estatístico de Weibull para a condição natural (SCB) – Resistência à Fratura	54
Figura 21 - Dimensão monofractal ao longo da fratura - condição natural	55
Figura 22 – Relação entre dimensão monofractal e tenacidade à fratura – condição natural ..	56
Figura 23 - Relação entre dimensão monofractal e resistência à fratura – condição natural ..	57
Figura 24 - Método estatístico de <i>Weibull</i> para condição com choque térmico (SCB) - Tenacidade à Fratura	61
Figura 25 - Método estatístico de <i>Weibull</i> para condição com choque térmico (SCB) - Resistência à Fratura	61
Figura 26 - Dimensão monofractal ao longo da fratura - Condição com choque térmico	62
Figura 27 - Relação entre dimensão monofractal e tenacidade à fratura - Condição com choque térmico	63
Figura 28 - Relação entre dimensão monofractal e resistência à fratura - condição com choque térmico	64
Figura 29 - Dimensão monofractal ao longo da fratura - Condições natural e com choque térmico	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1– Resultados obtidos para 29 amostras na condição natural	46
Tabela 2- Resultados obtidos para 29 amostras na condição com choque térmico.....	49
Tabela 3– Resultados obtidos para 41 amostras na condição natural	51
Tabela 4– Valores obtidos de Tenacidade à Fratura e Resistência à Fratura para a condição natural	52
Tabela 5- Resultados obtidos para 41 amostras na condição com choque térmico.....	58
Tabela 6- Valores obtidos de Tenacidade à Fratura e Resistência à Fratura para a condição com choque térmico.....	59
Tabela 7– Valores de resistência à fratura entre condições – barra retangular	65
Tabela 8- Valores comparados entre condições – SCB.....	65
Tabela 9 – Valores do coeficiente de Weibull “m” entre tipos de amostras	67

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS E SÍMBOLOS

ASTM	American Society for Testing and Materials
CCC	Célula Cúbica de Corpo Centrado
CFC	Célula Cúbica de Face Centrada
HPC	Célula Hexagonal Compacta
SCB	Semi Circular Bending
3-D	Tridimensional
PVAI	Ácool Polivinílico
%	porcentagem
°	grau
°C	grau Celsius
s	segundo
min	minuto
h	hora
mm	milímetro
g	grama
Kg	quilo
ton	tonelada
°C/min	grau Celsius por minuto
mm/min	milímetros por minuto
KN	quilo Newton
N	Newton
r_c	raio do cátion
r_a	raio do ânion
R	raio
a	comprimento do entalhe
S	distância entre o entalhe e o apoio
P	carga utilizada
σ_t	resistência teórica
E	módulo de Young

D	dimensão fractal
K _c	tenacidade à fratura
G _c	energia de fratura
μm	micrometro
β	ângulo em relação a vertical
TiO ₂	dióxido de titânio (titânia)
Si	silício
C	carbono
Ge	germânio

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	18
1.1 Objetivo	18
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	19
2.1 Cerâmica.....	19
2.1.1 Tipos de ligações e Estrutura das cerâmicas	21
2.2 Titânia.....	22
2.3 Prensagem.....	25
2.4 Sinterização	28
2.5 Choque Térmico	29
2.5.1 Obtenção e Preparação das amostras.....	29
2.5.2 Equipamentos Requeridos	29
2.5.3 Especificação do Choque Térmico	30
2.5.3.1 Fatores que influenciam a resistência ao choque térmico	31
2.6 Ensaio SCB.....	32
3 FRACTOGRAFIA	34
3.1 Conceito de Fractal.....	34
3.2 Dimensão Fractal.....	35
4 MECÂNICA DA FRATURA	37
4.1 Tenacidade à Fratura	38
4.2 Resistência à Fratura.....	38
5 METODOLOGIA UTILIZADA	39
5.1 Preparação dos corpos de prova	39
5.1.1 Prensagem.....	39
5.2 Realização do Choque Térmico.....	40
5.3 Entalhe dos corpos de prova.....	41
5.4 Ensaio de Flexão Três Pontos (SCB)	41
5.5 Aquisição de imagens.....	42
5.6 Dimensão Fractal.....	44
5.6.1 Cálculo da Dimensão Fractal.....	44
5.6.2 Método Box-Counting.....	45
6 RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO	46
6.1 Amostras em Barras Retangulares.....	46
6.1.1 Condição Natural	46

6.1.2 Condição com Choque Térmico	48
6.2 Amostras SCB	51
6.2.1 Condição Natural	51
6.2.1.1 Cálculo Monofractal	55
6.2.1.2 Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura (K_{IC}).....	56
6.2.1.3 Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura (σ_t)	57
6.2.2. Condição Com Choque Térmico	57
6.2.2.1 Cálculo da Dimensão Monofractal	62
6.2.2.2 Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura (K_{IC}).....	63
6.2.2.3 Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura	64
6.3 Comparação entre condições	64
6.3.1 Amostras em Barras Retangulares.....	65
6.3.2 Amostras SCB	65
6.3.3 Comparação entre Tipos de Amostras.....	67
7 CONCLUSÃO	68
8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	69

1. INTRODUÇÃO

Para o desenvolvimento do presente trabalho de pesquisa sobre o comportamento fractal de fraturas em condição natural e com choque térmico, é necessário estabelecer referências para a análise fractal de superfícies de fratura, avaliando, a partir de ensaios de tenacidade à fratura no modo I, o comportamento de fraturas em materiais frágeis, sob o regime linear elástico.

O desenvolvimento do projeto trouxe uma série de questões que serão abordadas na presente proposta como, por exemplo, a variação do comportamento mecânico de materiais frágeis, no caso cerâmico, após sofrer uma variação brusca de temperatura e como essa variação interfere na dimensão monofractal da amostra analisada.

O presente trabalho propõe a realização de ensaios de flexão três pontos em amostra de barras retangulares e semicircular (SCB, semicircular bending), com entalhe pré-formado, em condição natural ou com choque térmico, para a geração e análise de fraturas no modo I de carregamento (modo de abertura por tração), em materiais cerâmicos, no caso dióxido de titânio (rutilo), sempre sob regime linear elástico.

Assim, visa ampliar a profundidade e o alcance de projetos já em andamento, e disponibilizar referências e métodos para a avaliação fractal de superfícies de fratura. Podendo assim, a partir dos resultados que serão discutidos adiante, ter base e fundamento para avaliação do material estudado em condições descritas acima, porém, em outros modos de carregamento.

1.1 Objetivo

O presente trabalho tem como objetivo analisar se os valores monofractais das regiões de relevo formado ao longo de uma fratura de cerâmica, Titânia (TiO_2), tem variação em relação ao tratamento térmico sofrido pelas amostras, no caso choque térmico.

Comparação entre os métodos de ensaios de barras retangulares e SCB para verificação do método mais eficaz.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Cerâmica

Segundo Callister (2007), as cerâmicas são compostos predominantemente formados entre elementos metálicos e não-metálicos, para os quais as ligações interatômicas ou são totalmente iônicas ou predominantemente iônicas tendo, porém, alguma natureza covalente. O termo “cerâmica” vem da palavra grega *keramikos*, que significa “matéria queimada”, indicando que as propriedades desejáveis desses materiais são atingidas normalmente através de um processo de tratamento térmico a alta temperatura chamado de cozimento.

Costa (2006), cita que a grande variedade de materiais que se enquadram nessa classificação inclui as cerâmicas compostas por materiais argilosos (cerâmicas tradicionais), e as cerâmicas avançadas (compostas basicamente por óxidos). Tipicamente, esses materiais são excelentes isolantes à passagem de eletricidade e calor, e resistem a altas temperaturas e a ambientes severos, mais do que metais e polímeros. Em relação ao seu comportamento mecânico, as cerâmicas são duras, porém são muito frágeis e quebradiças.

As cerâmicas tradicionais são obtidas por materiais de baixo custo, sendo estes argilas, calcários, feldspatos e outros materiais cristalinos inorgânicos não-metálicos. Geralmente, estão envolvidas na utilização de cerâmicas para construção civil (tijolos, telhas e blocos), cerâmica para revestimentos (pisos e azulejos), cerâmicas decorativas (vasos e utensílios de mesa) e cerâmicas brancas (louças sanitárias).

Já as cerâmicas avançadas, são obtidas de forma sintética, por meio de reações químicas. São produzidas a partir de pós de compostos químicos complexos e sua produção exige um controle cuidadoso e preciso em cada etapa de produção. A aplicação de tais cerâmicas é muito abrangente. É utilizada desde na bioquímica em implantes dentários, até na eletrônica em sonares e sensores. Suas aplicações estão presentes em diversas áreas industriais devido, principalmente, às suas características incomparáveis. Elas suportam temperaturas que fundiriam o aço e resistem à maioria dos corrosivos químicos, mas a sua grande desvantagem, assim como as demais cerâmicas, é o fato de ser extremamente quebradiça, o que dificulta sua implantação em outros ramos industriais. Essas propriedades, bem como nos demais materiais, é influenciada pela qualidade das matérias-primas utilizadas. Assim sendo, qualquer tentativa de controle das propriedades de um produto deve passar pelo entendimento

das propriedades básicas dos materiais, bem como pelo processo de fabricação durante o qual a microestrutura final se desenvolve. O processo geral da fabricação das cerâmicas avançadas está esquematizado abaixo:

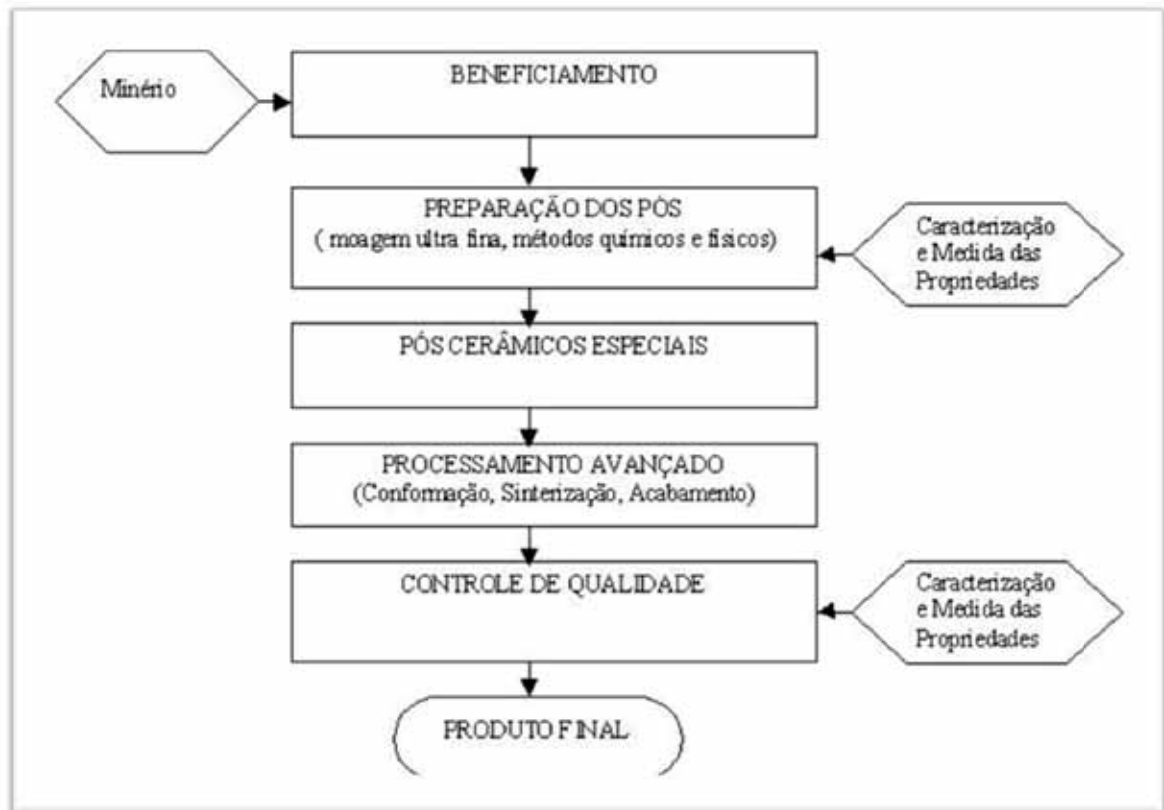


Figura 1 - Fluxograma esquemático do processamento cerâmico (COSTA, 2006)

Boschi (1996) cita em seu trabalho que a principal diferença entre as cerâmicas avançadas das tradicionais é fundamentalmente a maior exigência para as primeiras, no que diz respeito à conformidade e confiabilidade. Fundamentalmente, cerâmicas avançadas e tradicionais são iguais, e todas as teorias de uma são aplicáveis à outra. O papel de cada uma dessas etapas, principalmente, é a inter-relação entre elas no desenvolvimento da microestrutura responsável pelas propriedades finais do material (Callister, 2006).

2.1.1 Tipos de ligações e Estrutura das cerâmicas

Uma vez que as cerâmicas são compostas por no mínimo dois elementos, sua estrutura cristalina, em geral, é mais complexa do que as exibidas pelos metais. A ligação atômica nesses materiais varia desde puramente iônica até totalmente covalente, muitas exibem a combinação dos dois tipos, mas é predominantemente iônica (PADILHA, 1997). Logo, sua estrutura cristalina é composta por íons ao invés de átomos eletricamente neutros, como no caso dos metais. Portanto, nos materiais cerâmicos iônicos, além do tamanho relativo dos cátions e ânions, deve-se ter neutralidade elétrica (Boschi, 1996).

Segundo Kingery (1997), em geral, as estruturas das cerâmicas são mais complexas, devido ao fato de que, enquanto a maioria dos metais possui estruturas cristalinas dos tipos cúbica de corpo centrado (CCC), cúbica de face centrada (CFC) e hexagonal compacta (HPC), as cerâmicas exibem uma mais ampla variedade de estruturas. Estruturas cerâmicas estáveis são formadas quando os ânions que envolvem os cátions estão em contato entre si.

Três fatores afetam as estruturas das cerâmicas, a estequiometria do cristal, a relação entre os raios e a propensão por covalência e coordenação tetraedral.

- Estequiometria do cristal: qualquer cristal tem que ser eletricamente neutro, a soma das cargas positivas deve ser balanceada por um número equivalente de cargas negativas, um fato que é refletido nas equações químicas. Essa exigência impõe severas limitações nos tipos de estruturas que os íons podem assumir.

- Relação entre os raios: uma vez que os elementos metálicos cedem elétrons quando ficam ionizados, os cátions são, em geral, menores em tamanho do que os ânions e conseqüentemente a razão entre seus raios é menor do que uma unidade. Cada cátion precisa ter tantos ânions como vizinhos mais próximos quanto possível. Os ânions também precisam de um número máximo de cátions como seus vizinhos. Estruturas cerâmicas estáveis são formadas quando aqueles ânions que estão ao redor de um cátion estão todos em contato com o cátion. O número de coordenação (número de ânions vizinhos mais próximos para um cátion) está relacionado à razão entre os raios de cátions e ânions. Para um número de coordenação específico existe uma razão r_c/r_a crítica mínima, onde essa razão crítica pode ser determinada a partir de considerações puramente geométricas. Para razões menores que

0,155, o cátion é muito pequeno em relação ao ânion, e o cátion está ligado a dois ânions de maneira linear. Se a razão estiver entre 0,155 e 0,225, o número de coordenação para o cátion é 3, formando um triângulo equilátero, onde cada vértice é um ânion e o cátion está no centro. O número de coordenação 4 é para valores entre 0,225 e 0,414, o cátion está no centro de um tetraedro. Para razões entre 0,414 e 0,732 o cátion pode ser considerado como estando dentro de um octaedro, circundado por seis ânions. O número de coordenação 8 é para valores entre 0,732 e 1,0, com ânions localizados em todos os vértices de um cubo e um cátion no centro. Os números de coordenação mais facilmente encontrados nas cerâmicas são 4, 6 e 8.

- Propensão por covalência e coordenação tetraédrica: em muitos componentes, coordenação tetraédrica é observada apesar do fato de que a relação dos raios poderia prever de outra maneira. Por exemplo, existem muitos componentes com relação dos raios maiores do que 0,414 com arranjo tetraédrico, ao invés de octaédrico, tais como na mistura de zinco e wurtzita. Esta situação típica aparece quando a característica covalente da cadeia é realçada, tais como quando os cátions com alto poder de polarização são unidos aos ânions que são prontamente polarizados, e em átomos com hibridação sp^3 , tais como Si, C e Ge, tende a estabilizar a coordenação tetraédrica por razões óbvias (BARSOUM, 2003).

2.2 Titânia

Segundo Santana (2005) o dióxido de titânio puro (TiO_2) é um sólido cristalino incolor e estável. Possui massa específica média de 4,25 g/cm e limite de cisalhamento variando entre 69 a 103 MPa. Possui mais características ácidas do que básicas, porém possui caráter anfótero.

Há um grande interesse da comunidade científica no estudo da titânia, como exemplo, como biomaterial, uma vez que a titânia tem grande capacidade de esterilização quando devidamente estimulada.

A relação entre a superfície atômica da estrutura e outras propriedades físicas e químicas é provavelmente uma das mais importantes realizações da ciência das superfícies. Por causa da mistura de ligações iônicas e covalentes, a estrutura da superfície tem uma forte

influência sobre a superfície química local comparada aos metais ou elementos semicondutores.

Volumes não estequiométricos influenciam as propriedades da superfície da TiO_2 em diversos caminhos. Defeitos de superfície são localizados nas bordas, nas vacâncias do oxigênio, defeitos lineares, impurezas comuns, e na manifestação da cristalografia dos planos. O TiO_2 cristaliza em três principais formas: rutilo, anatase e brookita. Abaixo estão esquematizadas as três estruturas:

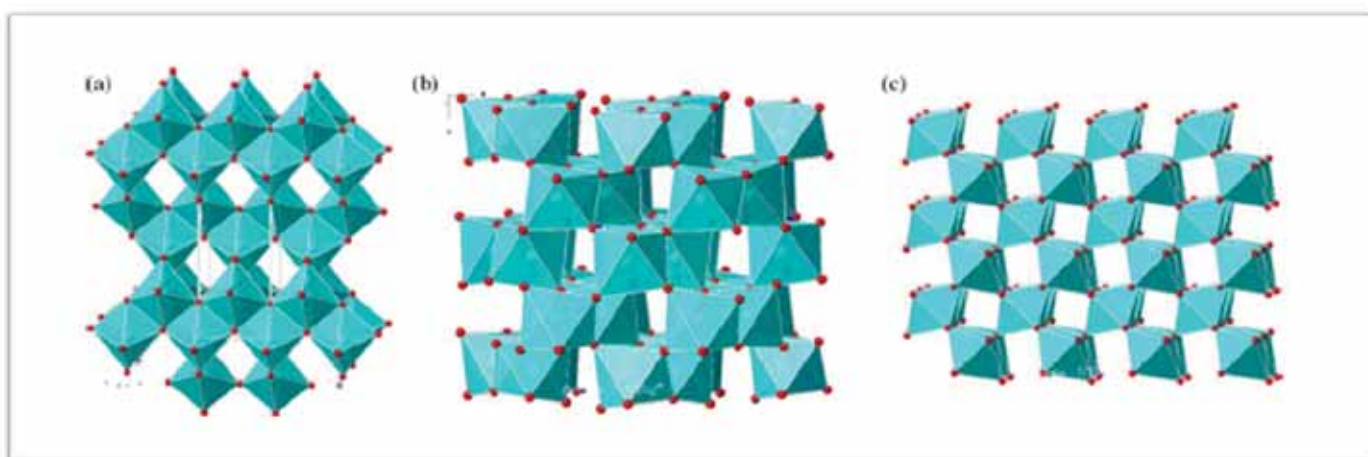


Figura 2 - (a) anatase; (b) brookita; (c) rutilo (COSTA, 2006)

Entretanto, apenas o rutilo e a anatase tem papel na aplicação da titânia, e tem servido de estudo. Ambas as estruturas são formadas por átomos de titânio circundados por seis átomos de oxigênio, em uma rede octaédrica quase distorcida. Em cada estrutura, as duas ligações entre o titânio e o oxigênio no ápice do octaedro são ligeiramente maiores. Um importante desvio de 90° no ângulo da ligação é observado na anatase. No rutilo, a vizinhança octaédrica faz parte do plano (110). Na anatase o encontro das redes octaédrica forma o plano (001). Eles são unidos com suas bordas e com o plano octaédrico. Em todas as três estruturas da titânia, os empilhamentos dos octaedros resultam em átomos de oxigênio em três direções distintas (BARSOUM, 2006). Abaixo estão esquematizadas as duas estruturas da titânia, rutilo e anatase:

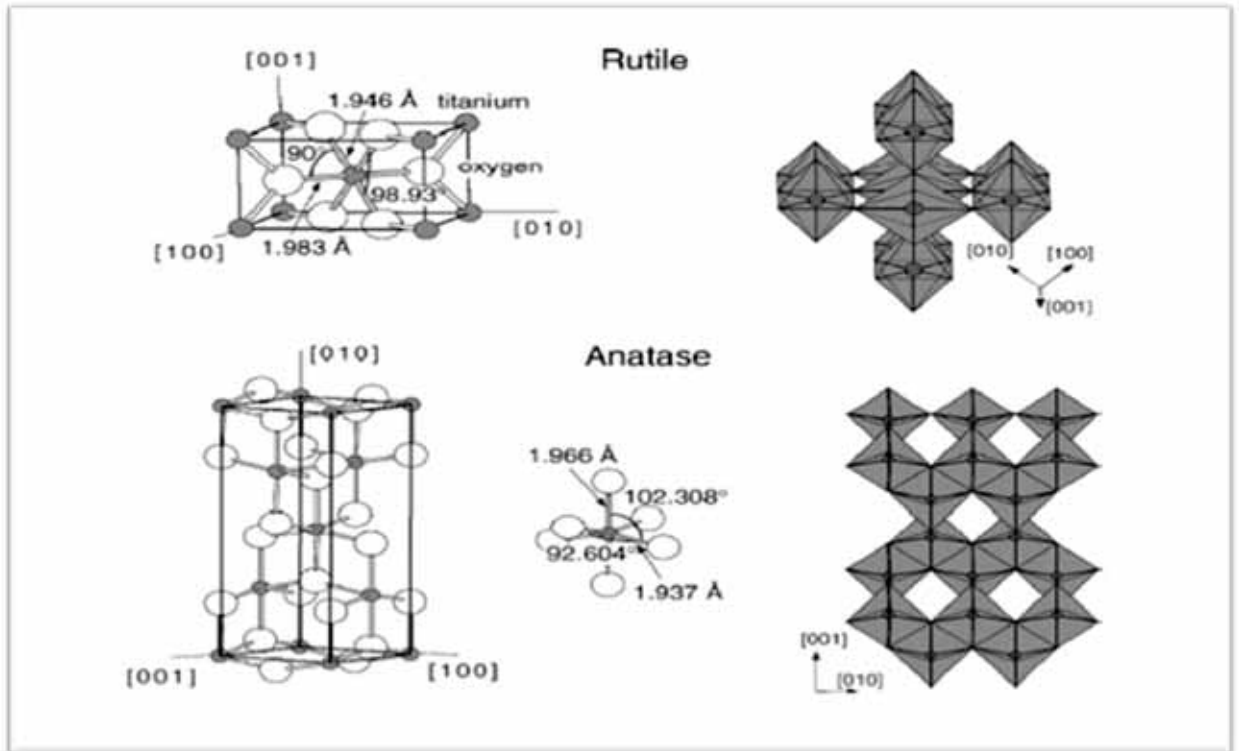


Figura 3 - Estruturas da titânia na forma de rutilo e anatase (BARSOU, 2006)

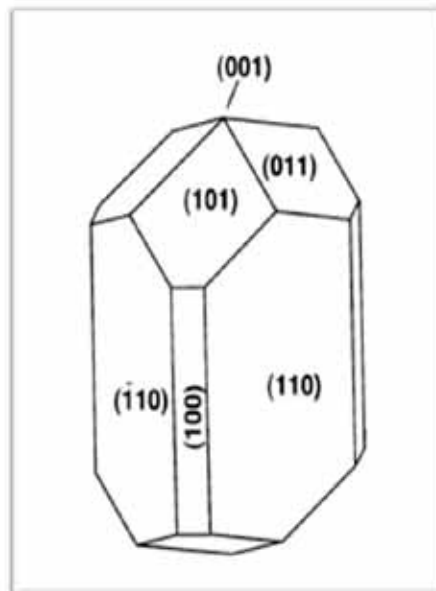


Figura 4 - Cristal de titânia (BARSOU, 2006)

2.3 Prensagem

Segundo Albero et al. (2000) a prensagem é a operação de conformação baseada na compactação de um pó granulado contido no interior de uma matriz rígida ou de um molde flexível, através da aplicação de pressão. A prensagem é dividida em três etapas: primeiramente, é feito o preenchimento da cavidade do molde, depois é feita a compactação do pó, e por fim, a extração da peça.

Distinguem-se duas modalidades principais de prensagem: a prensagem uniaxial e a prensagem isostática.

A prensagem uniaxial (Figura 5) consiste na compactação do pó em uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidas. É, geralmente, utilizada para conformar peças que não apresentam relevo superficial na direção da prensagem. A carga é aplicada em um único sentido (efeito simples) quando se deseja obter uma peça com espessura pequena e geometria simples. Por outro lado, para conseguir peças de grandes espessuras e geometria complexa, com uniformidade de compactação, é indispensável que a prensagem seja feita nos dois sentidos (efeito duplo).

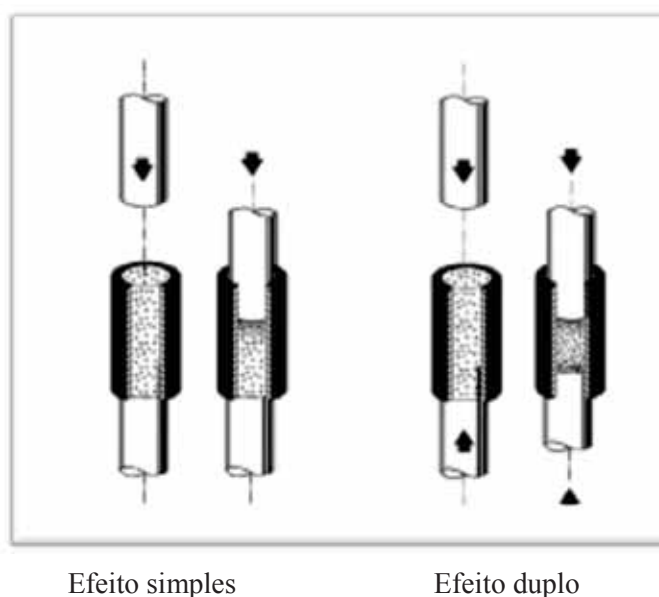


Figura 5 - Esquema da prensagem uniaxial (ALBERO et al., 2000)

Na prensagem isostática (Figura 6), a compactação do pó se dá no interior do molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. Geralmente, é empregado na

fabricação de peças de formas complexas, que apresentam relevos em duas ou mais direções, ou peças onde uma das dimensões é muito maior que os demais, como tubos e barras.

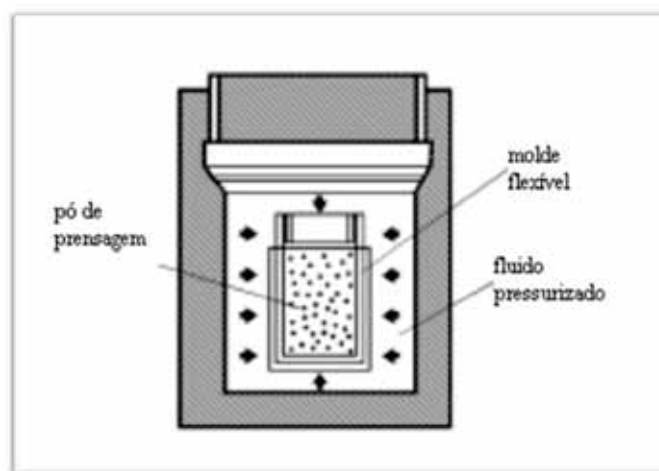


Figura 6 - Esquema da prensagem isostática (ALBERO et al., 2000)

A preparação do pó a ser compactado é de extrema importância, uma vez que o resultado da compactação será melhor se a mistura das matérias-primas for íntima e homogênea, assim como os aditivos. Além disso, para a obtenção de bons resultados é importante que os grânulos que constituem o pó sejam de geometria esférica, ou aproximadamente esférica, de tamanho superior a 60 μm , e textura mais homogênea possível (COSTA, 2006).

Albero et. al. (2000) cita em seus trabalhos que com base nas mudanças estruturais a que é submetido o corpo com o aumento de pressão e levando-se em conta os intervalos de pressão em que predominam cada um dos mecanismos descritos, a compactação de um material granulado pode ser idealmente dividida em três estágios de compactação:

- Estágio I ou inicial: estende desde o início da compactação do material até o valor em que os grânulos atingem o grau máximo de empacotamento sem que ocorra sua deformação ou destruição;
- Estágio II ou intermediário: compreende o intervalo de pressões que se estende desde a pressão de fluência até o valor final da pressão;
- Estágio III ou final: inicia quando a porosidade intergranular, e a distribuição de tamanho dos poros é monomodal.

As características mecânicas dos grânulos tais como dureza, resistência mecânica e plasticidade adequada, devem ser suficientes macias e deformáveis, para que durante a fase de compactação, em pressões moderadas, se deformem plasticamente, facilitando o deslizamento

das partículas que o compõe. Entretanto, os grânulos, não devem ser frágeis, moles e deformáveis a ponto de se romperem, deformarem ou aglomerarem uns aos outros durante o processo da prensagem. Mas essas características dependem da sua porosidade e do tamanho das partículas que o compõe (COSTA, 2006).

A variação experimentada pela compactidade e pela estrutura porosa da massa durante a operação de prensagem, assim como a microestrutura resultante da peça depende fundamentalmente, por um lado, do comportamento mecânico dos grânulos, que é função de características estruturais das partículas que formam os grânulos. A velocidade com que a carga é aplicada, bem como o tempo de permanência na carga máxima, exerce um grande efeito na recuperação elástica e na saída de gases durante a compactação, praticamente não exercendo influência, entretanto, sobre a compactidade e sobre a microestrutura da peça resultante (ALBERO et al., 2000).

Os aditivos devem ser utilizados com o devido cuidado, pois estes devem ser muito bem definidos, tendo em vista o efeito que possam exercer sobre o comportamento mecânico, tanto dos grânulos como da peça conformada.

Os ligantes orgânicos têm a função de conferir ao grânulo e a peça conformada uma resistência mecânica e devem ser empregados em proporção a 5% em peso. Os plastificantes aumentam a deformabilidade do ligante e reduzem sua capacidade de adsorção da umidade do ambiente.

A compressão elástica, uma das etapas da prensagem iniciada na fase intermediária, aumenta consideravelmente no estágio final. Esta energia elástica, que permanece armazenada durante a fase de compactação, começa a ser dissipada à medida que se retira a carga e extrai-se a peça, provocando um aumento nas suas dimensões. Este aumento se dá tanto na direção que se aplicou a carga durante a compactação, como também na direção perpendicular à aplicação da carga. Se o aumento das dimensões se dá de forma excessiva ocasiona, com freqüência, problemas e defeitos nas peças (ALBERO et al., 2000).

Segundo Costa (2006) esta expansão sempre aumenta o número de pontos de contato entre partículas por unidade de volume, o valor da deformação em cada um dos pontos de contato. Mas este valor da expansão diminui à medida que se aumenta a plasticidade, pelo aumento do teor de água ou qualquer outro tipo de plastificante.

O efeito da diminuição da expansão também é observado quando a velocidade da aplicação da carga é diminuída, ou quando se aumenta o tempo de aplicação da pressão. Este efeito, que é mais acentuado, é a duração do ciclo da prensagem e favorece o reordenamento

das partículas, que alcançam posições mais estáveis, reduzindo-se a quantidade de ar aprisionado no interior do corpo.

2.4 Sinterização

Segundo Minatti (2009), a sinterização é um processo de consolidação a altas temperaturas, indicando uma união das partículas, com isso ocorre um aumento da resistência mecânica. Esse aumento da resistência mecânica acarreta em uma retração e densificação das amostras.

Ribeiro (2005) cita em seu trabalho que a sinterização pode ser brevemente definida como um processo termicamente ativado através do qual um conjunto de partículas apenas em contato mútuo liga-se umas às outras, formando uma superestrutura rígida, total ou parcialmente densa. Durante a sinterização, as partículas ligam-se umas às outras por contatos. Na sinterização por fase sólida, um pescoço unindo as partículas cresce por difusão. A força motora para a sinterização é o ganho energético, ou seja, a diminuição da energia total do sistema de partículas com a diminuição da área superficial total do sistema. Juntamente com a sinterização, o crescimento de grão pode ocorrer também.

A sinterização pode ocorrer da metade a dois terços da temperatura de fusão. Durante o processo de sinterização, praticamente toda a porosidade da estrutura será fechada (SILVA e ALVES JR., 1998).

Neste trabalho as amostras foram submetidas a uma pré-sinterização com posterior sinterização, pois, segundo Fernandes (2008) estes são recursos de baixo custo para um melhor controle de temperaturas. Segundo Ribeiro (2005), a pré-sinterização é indicada quando a peça conformada é muito frágil e não permite o manuseio, mas deve passar por alguma operação de ajuste na forma antes da sinterização, quando a estrutura não é muito dura e permite facilmente este tipo de alteração de forma. A pré-sinterização aumenta razoavelmente a resistência mecânica da peça.

2.5 Choque Térmico

2.5.1 Obtenção e Preparação das amostras

As amostras de cerâmica devem ser peças especialmente preparadas. Estas devem ser utilizadas para a realização da compressão diametral, e obtidas por prensagem a seco. Este método constitui na compressão de partículas de matérias-primas, até um volume tão pequeno quanto possível, obtendo-se os efeitos de empacotamento e agregação das partículas. O teor de água da mistura deve ser baixo, na faixa de 5% a 15%.

Cuidados devem ser tomados no armazenamento e no manuseio das amostras, para evitar a introdução por acaso de falhas, que podem ocorrer caso as amostras forem comprimidas ou arranhadas.

As amostras devem ser limpas com água ou líquido alternativo volátil (como acetona ou etanol). Devem ser determinadas as dimensões das amostras e suas respectivas massas, para uma exatidão de 0,1% ou melhor. Deve ser calculada também a densidade volumétrica de todas as amostras.

Por fim, as amostras devem ser secas a uma temperatura de $120 \pm 10^{\circ}\text{C}$ por duas horas. Após as amostras estarem secas estas devem ser armazenadas em uma estufa a temperatura ambiente, permanecendo nesta estufa até que sejam levadas ao forno para serem aquecidas e posteriormente ser feita a realização do choque térmico.

2.5.2 Equipamentos Requeridos

Segundo a norma ASTM 01525/2004, o choque térmico requer um sistema de aquecimento/resfriamento, que consiste em um forno, equipamentos para manuseio das amostras e um banho de água a temperatura ambiente.

O forno utilizado deve ser capaz de aquecer e manter um lote de amostras a requerida temperatura, variando $\pm 5^{\circ}\text{C}$ da temperatura requerida. A temperatura deve ser medida com

pares termoeletricos localizados não mais do que 2 mm do ponto médio, onde as amostras devem ficar dentro do forno.

Os equipamentos para manuseio das amostras devem ser adequados para que as amostras possam ser retiradas do forno e levadas rapidamente ao banho de água de dentro de um intervalo de tempo de 5 segundos.

O banho de água deve ter a temperatura em torno de $20 \pm 2^\circ\text{C}$. O volume do recipiente deve ser apropriado, para prevenir que a temperatura da água não acresça mais do que 5°C depois das amostras serem resfriadas. É recomendado que o recipiente do banho de água fosse grande o suficiente para que as amostras sejam resfriadas, sucessivamente, antes de alcançar a base do recipiente, ou que contenha uma tela protetora perto da base do recipiente, para prevenir que as amostras repousem diretamente na base do recipiente.

Um micrômetro com uma exatidão de 0,002 mm ou menor, deve ser usado para medir as dimensões das amostras. O micrômetro deve ter faces lisas, não deve ter ponta redonda ou pontiaguda, pois pode danificar as peças.

2.5.3 Especificação do Choque Térmico

Segundo a norma ASTM 01525/2004, a máxima exposição da temperatura do forno para o choque térmico, de cada cerâmica avançada, será determinada da máxima temperatura requerida para cada aplicação, especificada em um teste de choque térmico comparativo ou citado.

A temperatura inicial de exposição pode ser determinada a partir de valores tabelados de uma experiência teste, ou de um valor de 50% da máxima temperatura de exposição.

Um suporte eficiente, para a pesquisa da variação de temperatura crítica, pode ser empregado onde a temperatura de exposição inicial é escolhida alta o suficiente a ponto de uma resistência definitiva ser observada. A segunda temperatura de exposição é escolhida a partir do ponto médio da primeira exposição e faixa de temperatura. Cada temperatura subsequente é selecionada a partir do ponto médio entre a menor temperatura que produz uma resistência maior do que 30%, e uma temperatura maior que produz uma resistência menor do que 30%. A iteração deve continuar até que o intervalo de temperatura entre as iterações seja

menor do que 100°C. Este procedimento minimiza o número de iterações necessárias para identificar a variação de temperatura crítica, comparada com a temperatura fixada.

No mínimo 5 amostras devem receber o primeiro teste de choque térmico, em um intervalo de tempo de no mínimo 30 min de exposição para temperatura até 600°C, e no mínimo 60 min de exposição para temperaturas superiores a 600°C. Equilibrar na temperatura exposta por um período de tempo de 15 min, depois do equilíbrio, as amostras devem ser removidas separadamente do forno, e transferidas cada uma delas para o banho de água para o resfriamento, tão rápido quanto possível, não ultrapassando 5 s. Não é especificado o tempo de permanência das amostras dentro do banho.

Uma vez encontrada a temperatura crítica requerida o teste do choque térmico deve ser repetido para esta temperatura, e para intervalos de temperatura de 50°C acima e abaixo desta variação de temperatura. Deve ser calculada a resistência à tensão média e desvio para três classes de amostras e comparados, então, os valores obtidos com os tabelados para cada classe de amostras. Normalmente, um aumento no desvio é observado para amostras testadas no intervalo de temperatura, podendo ajudar na determinação do intervalo da temperatura crítica.

Por fim, a análise fotográfica é recomendada para as amostras que receberam o choque térmico, exposta a dada variação de temperatura. A fotografia pode ser útil na determinação e localização de fraturas típicas nas amostras, e taxar se o choque térmico produz uma mudança na população de trincas com a correspondente resistência, logo, deve ser analisado o comportamento fractal das amostras de modo a identificar o aumento em tais populações de trincas.

2.5.3.1 Fatores que influenciam a resistência ao choque térmico

O esforço gerado pelo gradiente de temperatura, através da espessura dos componentes de uma cerâmica, não pode ser facilmente relatado. Este esforço pode conduzir o desenvolvimento de trincas, lascas ou fraturas completas. Uma variação do gradiente de temperatura pode causar choque térmico na forma de sucessivos resfriamentos ou aquecimentos, ou combinação destes efeitos. O comportamento do material pode ser muito diferente para diferentes situações, e os fatores que influenciam as propriedades do choque térmico em uma cerâmica podem ser diferentes. Tais fatores são:

- Características de expansão térmica: determina o nível de desenvolvimento térmico abaixo do gradiente de temperatura estabelecido para o componente.
- Condutividade térmica e/ou difusividade térmica: afeta o gradiente térmico, o qual é aumentado por transferência de calor dentro e sobre o componente.
- Propriedades elásticas: controla o nível de tensão desenvolvida pela tensão térmica.
- Geometria do componente: controla a taxa de transferência de calor do componente especialmente na espessura das paredes, e raios de curvatura de exposição dos cantos e das faces.
- Tenacidade: determina o nível de resistência que uma dada cerâmica pode resistir.
- Distribuição inicial de trincas: determina a tenacidade de uma amostra cerâmica.
- Fraturas rígidas: controla a resistência de propagação das trincas.
- Importância da distribuição de porosidade: controla a resistência aos danos causados pelo choque térmico.
- Condição da superfície: afeta as trincas da superfície, as quais afetam a resistência e mudam a transferência de radiação térmica de calor (ASTM C1525-04).

2.6 Ensaio SCB

Segundo Ayatollahi et al.,(2005) e colaboradores o modelo SCB (semi-circular bending) é constituído por uma amostra semi circular de raio R , contendo um simples entalhe de comprimento a , inclinado de um ângulo β em relação a vertical.

O ensaio deve ser realizado, preferencialmente, com carregamento compressivo, onde são induzidos as fraturas de tração em modo I ou modo II (ALVAREZ, 2004). A amostra deve ser colocada em dois suportes, estando estes a uma distância $2S$, e carregada com uma carga vertical P , conforme Figura 7.

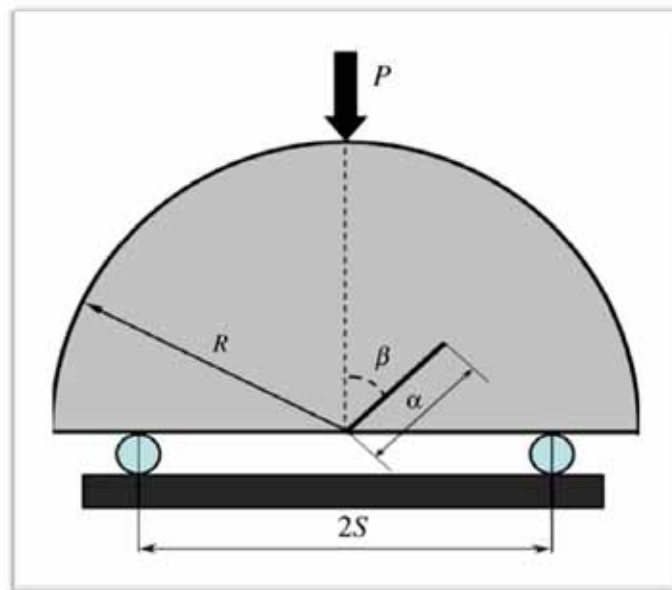


Figura 7- Ensaio SCB (AYATOLLAHI et al., 2005)

Este modelo de ensaio tem sido muito utilizado por pesquisadores para medir modo I e modo misto I/II de tenacidade à fratura, mas este modelo era muito utilizado em materiais rochosos.

O ângulo de inclinação do entalhe com a vertical pode ser variado, indicando qual o modo de carregamento, sendo que, quando β é zero o modelo está sujeito ao modo I puro (modo de abertura). Ao aumentar o ângulo β , o modo II (ou modo deslizante) contribui na deformação, conseqüentemente, a trinca é maior. Modo Puro II ocorre em um ângulo específico β em função de um a/R e S/R .

Como para este tipo de ensaio não existe uma norma que faz as devidas especificações, as dimensões dos corpos de provas desta pesquisa foram adaptados a partir de trabalhos já publicados, seguindo basicamente as razões $a/R=0,3$ e $S/R=0,43$ (AYATOLLAHI et al., 2005).

3 FRACTOGRAFIA

3.1 Conceito de Fractal

Segundo Assis et al (2007) o emprego do termo *fractal* pode ser temporalmente localizado no ano de 1975, quando Benoit Mandelbrot pela primeira vez dele fez uso. Mandelbrot sentiu a necessidade de encontrar um nome para descrever a geometria com que buscava representar as reais formas da natureza. O nome “fractal” veio do adjetivo latim *fractus* e do verbo *frangere*, que significava quebrar, fragmentar.

Um fractal é um objeto que apresenta invariância na sua forma à medida que a escala é alterada mantendo-se a sua estrutura idêntica a original. São formas geométricas incapazes de serem classificadas nos moldes da geometria Euclidiana devido principalmente a três características fundamentais: auto semelhança (em diferentes níveis de escala), dimensão fractal e sua complexidade infinita (BACKERS et al. 2005).

A auto semelhança é identificada quando uma porção de uma figura ou contorno pode ser vista como réplica do todo, numa escala menor, como pode ser vista na Figura 8.

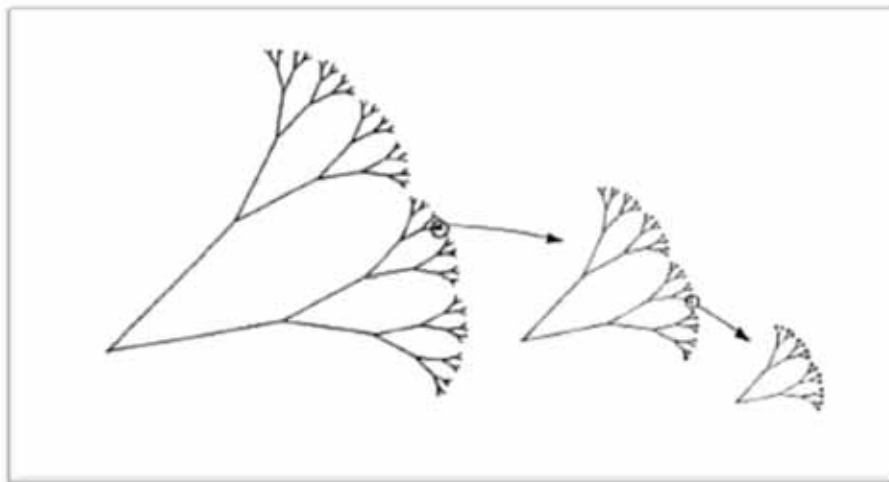


Figura 8 - Exemplo de uma estrutura fractal retratando a característica de auto semelhança (Adaptação de ASSIS et al. 2007)

A complexidade infinita refere-se ao fato de que o processo de geração de uma figura definida como sendo um fractal é recursivo. Isto significa que quando se executa um determinado procedimento, no decorrer do mesmo encontra-se como sub-procedimento o próprio procedimento anterior executado.

Finalmente a dimensão fractal, ao contrário do que ocorre na geometria Euclidiana não é necessariamente um valor inteiro (ASSIS et al. 2007).

3.2 Dimensão Fractal

A mais importante característica que define um fractal é a Dimensão Fractal. O conceito de dimensão fractal vem sendo muito aplicado e utilizado atualmente. Na medicina, por exemplo, é utilizada como método de diagnóstico quantitativo do câncer através da análise de imagens de tumores. Estudos comprovam que tumores de câncer apresentam uma fronteira com dimensão fractal superior às que em agregados de tecidos normais.

Segundo Marques (2012) o conceito de geometria fractal provou ser útil na caracterização da superfície de fratura já que estas apresentam relevo bastante rugoso o que também pode apresentar auto similaridade em larga escala de ampliações.

Ao contrário do que é observado na geometria Euclidiana, onde o valor da dimensão representa a dimensionalidade do espaço em que um objeto está inserido, a dimensão fractal representa o nível de irregularidade de um fractal (BACKES et al. 2005).

Horowitz et al., (2010) e colaboradores citam que desde quando foi proposto por Mandelbrot, o conceito de dimensão fractal tem sido aplicado para descrever a formação da superfície em muitos fenômenos, associados aos modos materiais da estrutura ou falha.

A dimensão euclidiana representa o número de coordenadas necessárias para descrever uma forma euclidiana. Geralmente está associada a eixos perpendiculares específicos, portanto em uma, duas ou três dimensões, algum ponto pertence a uma linha, área ou volume respectivamente. Sendo assim as dimensões associadas a geometria Euclidiana são formadas sempre por números inteiros (ASSIS et al. 2007).

Essa diferença nas definições faz com que a dimensão fractal venha a assumir valores fracionários. Estes valores fracionários se devem ao fato de ela representar o nível de ocupação no espaço pela forma e não o espaço em si onde a forma está inserida. Sendo assim quanto

maior a irregularidade de uma forma, maior será a sua dimensão fractal (BACKES et al. 2005).

Considera se, por exemplo, a curva de *Koch*. A construção se dá a partir de um segmento de reta que em seguida é dividido em três segmentos iguais. Depois disto, substitui se o terço médio por um triângulo equilátero retirando lhe a base. O processo iterativo consiste aplicar a mesma regra a cada um dos segmentos de reta que surgem da iteração imediatamente anterior, conforme pode ser verificado na Figura 9.

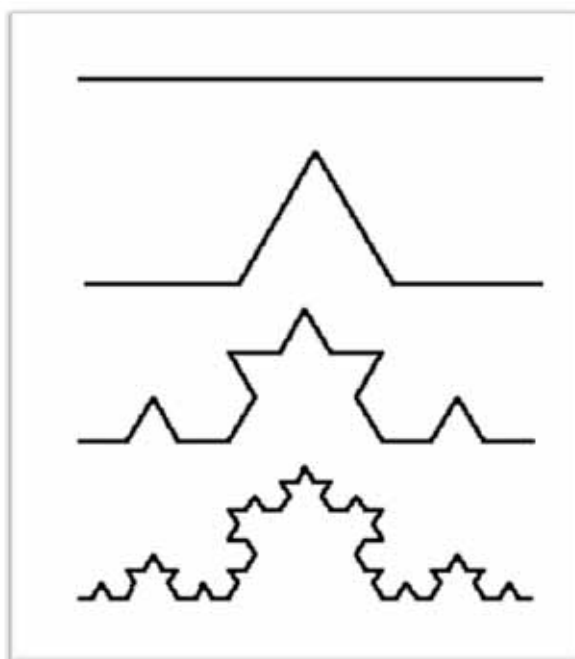


Figura 9- Quatro primeiros níveis para a construção da curva Koch (Adaptação ASSIS et al. 2007)

A literatura se baseia em diversas abordagens para estimar a dimensão fractal de um objeto ou imagem. Segundo Backes et al. (2005) e colaboradores alguns destes métodos são: método massa raio, análise intersecção acumulativa, método *Box-Counting* e método *Dividers (Compass)*, etc. No presente trabalho o método utilizado para o cálculo da dimensão fractal foi o método *Box-Counting*.

Segundo Campos (2010) a dimensão fractal (D) pode ser calculada considerando uma linha de comprimento L , que é dividida em N partes iguais, sendo que cada segmento dessa reta é dado por $u=L/N$.

Sendo que de maneira geral esse processo leva a uma relação do tipo:

$$N = \left(\frac{L}{u}\right)^D \quad (1)$$

Extraindo o logaritmo de ambos os lados da equação 1 temos a seguinte relação:

$$D = \frac{\ln(N)}{\ln\left(\frac{L}{u}\right)} \quad (2)$$

Para um objeto compacto e uniforme, D é um número inteiro igual a uma das dimensões da geometria euclidiana, mas para um fractal, tem-se que D é igual a um número fracionário.

4 MECÂNICA DA FRATURA

A mecânica da fratura é uma ferramenta utilizada para analisar materiais ou estruturas contendo trincas e fornecer respostas quantitativas para efeito do projeto. As trincas são defeitos que apresentam singularidades, do ponto de vista de cálculo de tensões na sua ponta. Para contornar este problema, foi proposto o fator de intensidade de tensão K, o qual leva em conta o esforço aplicado sobre a estrutura e a dimensão da trinca presente na estrutura (CALLISTER,2007).

Para materiais contendo trincas, a teoria da elasticidade não é suficiente para prever o comportamento estrutural do material sob ação de esforços para determinar o instante de ruptura da estrutura.

A mecânica da fratura descreve a fratura de materiais em termos de leis aplicadas e de propriedades macroscópicas dos materiais. Ela permite que se faça uma avaliação quantitativa, baseada na análise de tensões, relacionando a resistência à fratura do material a carga aplicada e a geometria da estrutura ou componente contendo defeito. Normalmente, o defeito é substituído por uma trinca equivalente de modo que a resistência à fratura pode ser estabelecida em termos de condições tensão-deformação na ponta da trinca.

Na mecânica da fratura, assume-se que a influência das cargas aplicada sobre o aumento de tamanho da trinca pode ser representado em termos de certos parâmetros, que caracterizam a intensidade tensão-deformação próximo à ponta da trinca (SOARES, 1997).

4.1 Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura de um material é uma medida de energia que ela absorve antes e durante o processo de fratura. Trata-se de um parâmetro muito importante para caracterização do material, uma vez que ele está associado à resistência à fratura do material.

A tenacidade de um material representa a sua capacidade de resistir a uma dada intensidade de tensão na ponta da trinca presente neste material, evitando a sua fratura. Para materiais com comportamento elástico-linear, a tenacidade pode ser descrita em termos do fator de intensidade K . Em condição de carregamento elástico, tem-se a quantificação da tenacidade em termos de:

- K_C : condição de estado plano de tensão e,
- K_{IC} : condição de estado plano de deformação.

O parâmetro K_{IC} é relevante na avaliação de propriedades de materiais, porque é uma constante que independe das dimensões do corpo de prova (SOARES, 1997).

4.2 Resistência à Fratura

Segundo Callister (2006) o comportamento tensão-deformação das cerâmicas frágeis não é avaliado através do ensaio convencional de tração, como os materiais metálicos, por três principais motivos:

- Dificuldade na confecção de corpos de prova cerâmicos na geometria exigida;
- Dificuldade em prender materiais frágeis;
- Cerâmicas falham após a deformação em apenas 0,1%.

Por essas razões o mais indicado é o emprego de ensaios de flexão universal com carregamento em três ou quatro pontos.

A tensão no momento da fratura quando se emprega esse ensaio é conhecida por resistência à flexão ou resistência à fratura. Sendo, para uma seção retangular reta, a resistência à fratura é dada por:

$$\sigma_t = \frac{3F_f L}{2bd^2} \quad (6)$$

5 METODOLOGIA UTILIZADA

Os processos para obtenção dos corpos de prova, todos os ensaios e as análises foram realizados nos laboratórios do departamento de Materiais e Tecnologia na FEG/UNESP do campus de Guaratinguetá.

5.1 Preparação dos corpos de prova

Para a preparação dos corpos de prova, tanto para as barras quanto para as amostras semicirculares, misturou-se a cada 50 g de titânia (TiO_2), 6 gotas de álcool polivinílico (PVal), que é utilizado como ligante, e 10 % de água destilada. A mistura foi homogeneizada no almofariz e peneirada até obter a consistência desejada.

5.1.1 Prensagem

Após a preparação do pó, este foi colocado em molde bipartido (Figura 12) com 60 mm de diâmetro e levado à prensa para o processo de conformação dos pós. A prensa utilizada foi uma prensa hidráulica uniaxial de marca Ribeiro, mostrada na figura 8. A força aplicada ao molde foi de aproximadamente 1040,0 kgf durante um tempo de 60 s. Foram prensadas, aproximadamente, 100 amostras semicirculares.

Para a confecção das barras o pó de titânia foi colocado no molde retangular (40x5) mm, sendo que a força aplicada sob o molde foi de aproximadamente 815 Kgf.

5.1.2 Secagem, Pré-sinterização e Sinterização

Depois de prensadas, as amostras foram levadas para a secagem em estufa, de marca Fanem-modelo 315 SE, durante 2 horas à 110°C. Em seguida, as amostras foram pré-sinterizadas a 1000°C, com uma razão de aquecimento de 3°C por minuto em um patamar de 1 h em forno do tipo mufla, marca EDG-1800.

Para a sinterização final, as amostras foram levadas ao forno de marca EDG, modelo F-1700C (apresentado na figura 14), e submetidas a uma temperatura de 1450°C em um patamar de 1 hora, sendo que a taxa de aquecimento foi de 10°C/min até uma temperatura de 1000°C e de 3°C/min até atingir 1450°C. Após a sinterização, as amostras apresentaram um diâmetro de, aproximadamente, 48 mm.

5.2 Realização do Choque Térmico

Assim, 50 amostras semicirculares foram submetidas ao choque térmico, segundo a norma ASTM – C 1525/2004 (conforme explicado no item 2.5.3), e 50 amostras semicirculares não sofreram o choque térmico.

As amostras foram aquecidas em um forno até a temperatura de 350°C, segundo os procedimentos descritos no item 2.5.3. O aquecimento foi realizado a uma taxa de aquecimento de 3°C/min, e o patamar utilizado foi de 30 min.

Após o aquecimento as amostras foram retiradas do forno e rapidamente transferidas para um banho d'água a temperatura ambiente. Permaneceram neste banho até o resfriamento completo e logo após foram armazenadas em estufas.

O procedimento foi repetido para as barras retangulares.

5.3 Entalhe dos corpos de prova

Devido ao modelo bipartido do molde criado as amostras sofreram apenas um corte na região central, com um tamanho aproximado de 8 mm. Os entalhes foram realizados com o auxílio de um disco diamantado de espessura 0,2 mm em uma máquina de corte Isomet. Após a realização do entalhe as amostra foram levadas a uma estufa até que o ensaio SCB fosse realizado.

5.4 Ensaio de Flexão Três Pontos (SCB)

Os corpos de prova foram submetidos ao esforço de flexão 3 pontos na máquina de ensaio universal Shimadzu, modelo AG-X para obter dados de resistência mecânica para posterior comparação com a dimensão fractal. Para o ensaio utilizou-se uma célula de carga de 5 kN com uma velocidade de 1mm/min. Na Figura 10 é possível verificar uma amostra SBC sendo ensaiada, já na Figura 11 verifica-se a propagação da trinca durante o ensaio.

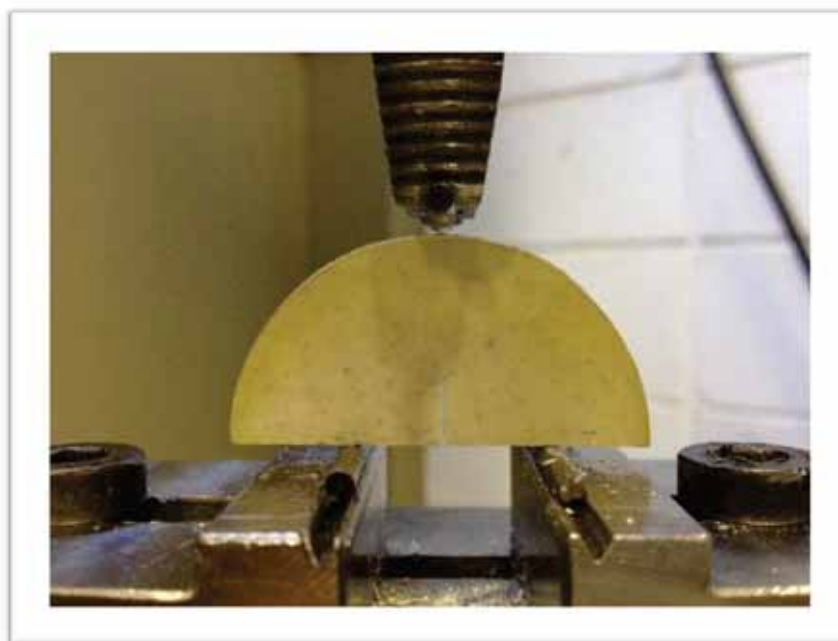


Figura 10 – Amostras sendo submetido ao ensaio SCB.

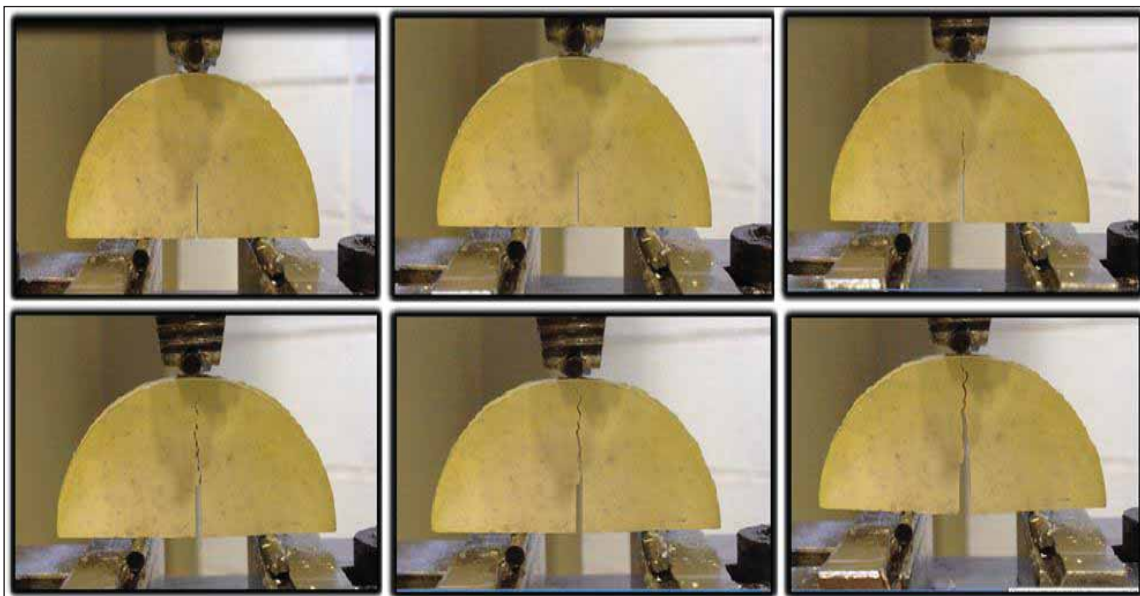


Figura 11 – Propagação da trinca em uma amostra de cerâmica com choque térmico em ensaio SCB.

5.5 Aquisição de imagens

Através do microscópio óptico automatizado de marca Zeiss, modelo Axio Imager Z2m e com objetiva de 20x, a trinca foi fotografada na zona de fratura, na região central, a partir do entalhe, de milímetro em milímetro, totalizando 10 milímetros (ou 10 campos). Para cada campo foram feitas imagens digitais por extensão de foco. Este método consiste na obtenção de uma pilha de imagens digitais, através do posicionamento ordenado e sucessivo da objetiva para diferentes planos de foco, em intervalos de $1\mu\text{m}$ (Figura 12). Sendo que a resposta deste método é uma imagem completamente focada (Figura 33) e um mapa topográfico (HOROVISTIZ, 2003). Com o auxílio do programa *Image J*, utilizando o *plugin stack focuser*, estas pilhas de imagens são remontadas formando o relevo da amostra analisada. Com as imagens obtidas realizou-se a reconstrução de imagens, para obter um mapa de elevação.

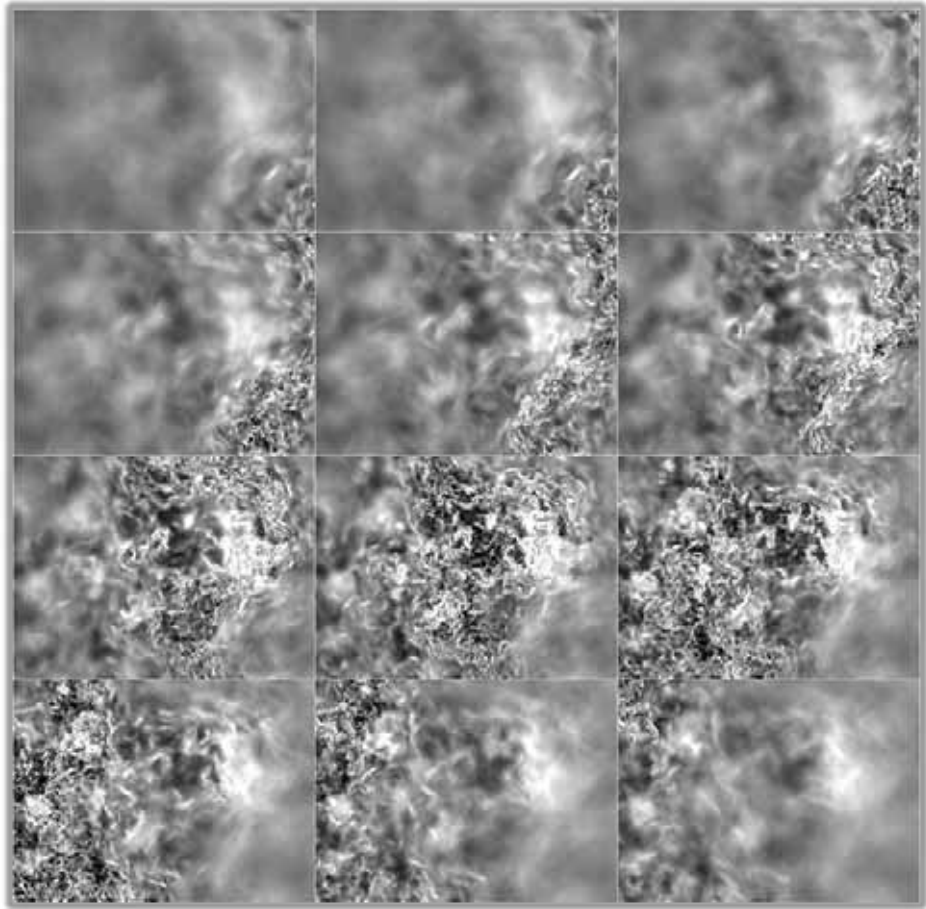
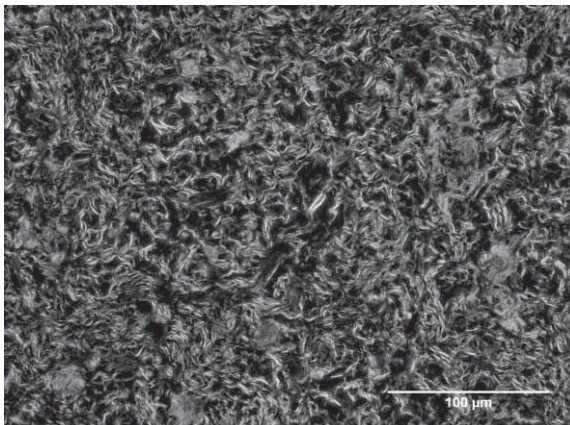
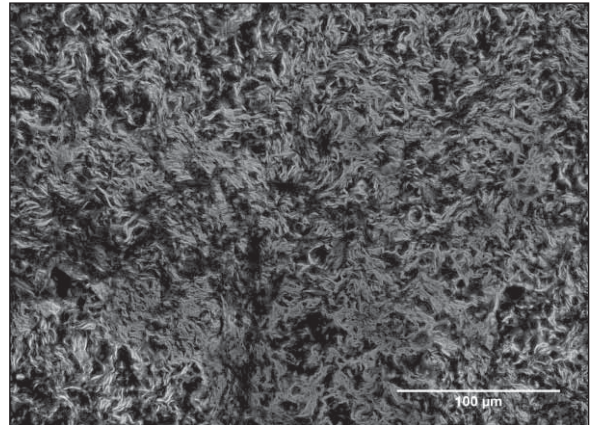


Figura 102 - Pilha de imagens com movimento progressivo da objetiva.



(a)



(b)

Figura 13 – Imagem totalmente focada de uma amostra: (a) condição natural; (b) com choque térmico

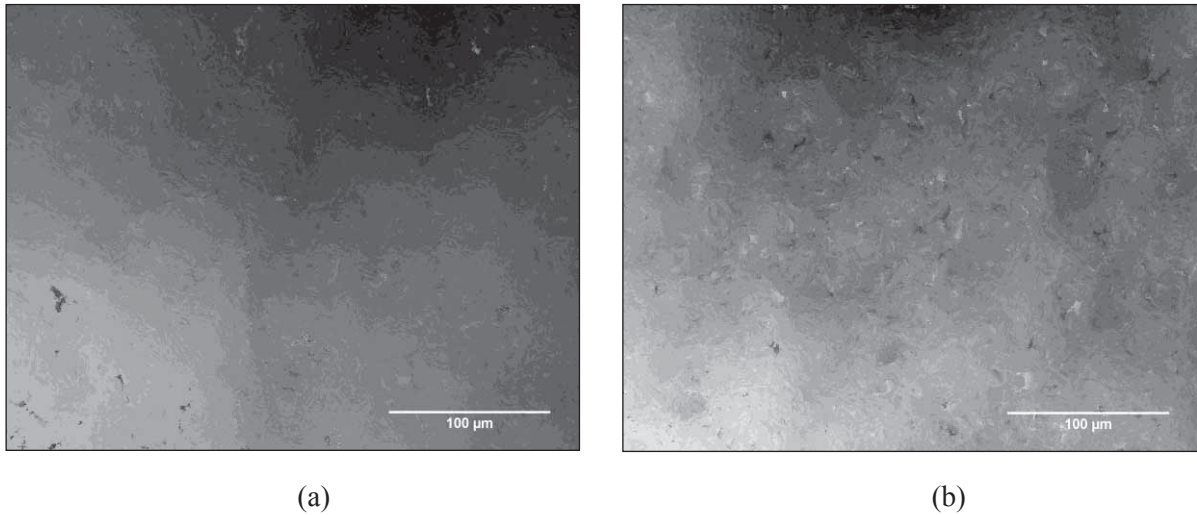


Figura 14 – Mapa de elevação, amostra 15, posição 1: (a) condição natural; (b) com choque térmico

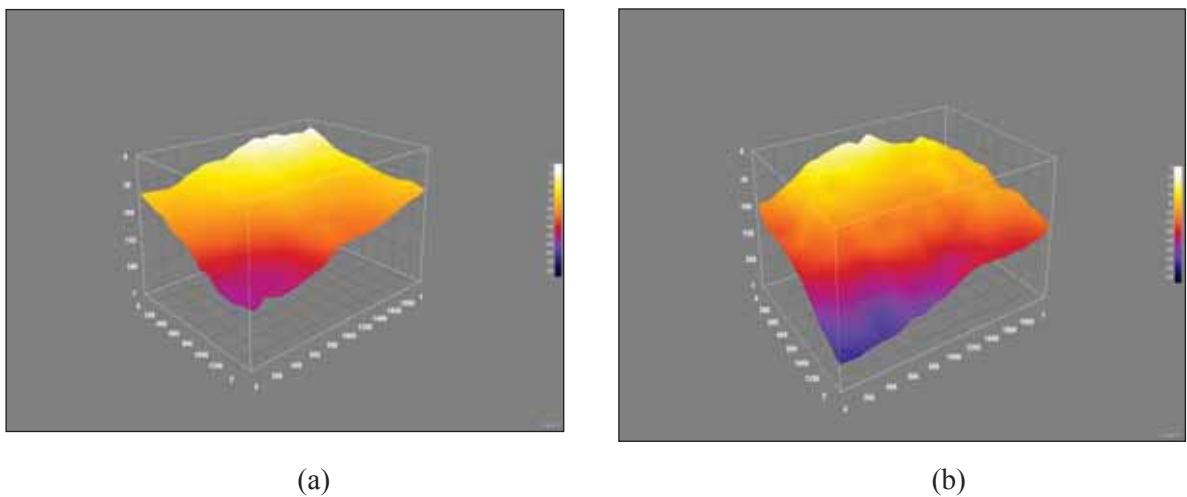


Figura 15 – Mapa de elevação 3D, amostra 15, posição 1: (a) condição natural; (b) com choque térmico

5.6 Dimensão Fractal

5.6.1 Cálculo da Dimensão Fractal

Após a reconstrução por extensão de foco das superfícies da fratura, foram calculadas as dimensões monofractais.

Para o cálculo da dimensão fractal foi utilizado a rotina MapFractal Count (CAMPOS, 2010), que é baseado no método de dimensão Minkowski-Bouligand, também conhecido como método *box-counting*.

5.6.2 Método Box-Counting

Para o cálculo do *box size* e o *box count* foi utilizado o plugin MapFractal Count. A partir dos dados obtidos foi calculado o logaritmo de cada valor e plotado um gráfico cujo eixo da abscissa é $-\log(\text{box size})$ e o eixo da ordenada é $\log(\text{box count})$. Em seguida foi traçado a linha de tendência entre os pontos, onde o coeficiente angular da reta é igual à dimensão fractal da imagem que está sendo analisada (Figura 19).

Foram analisadas 10 amostras em cada condição (natural e choque térmico), sendo que para cada amostra foram calculadas 10 dimensões monofractais (um para cada posição). Com os valores obtidos foi calculado a média e o desvio padrão para cada dimensão fractal.

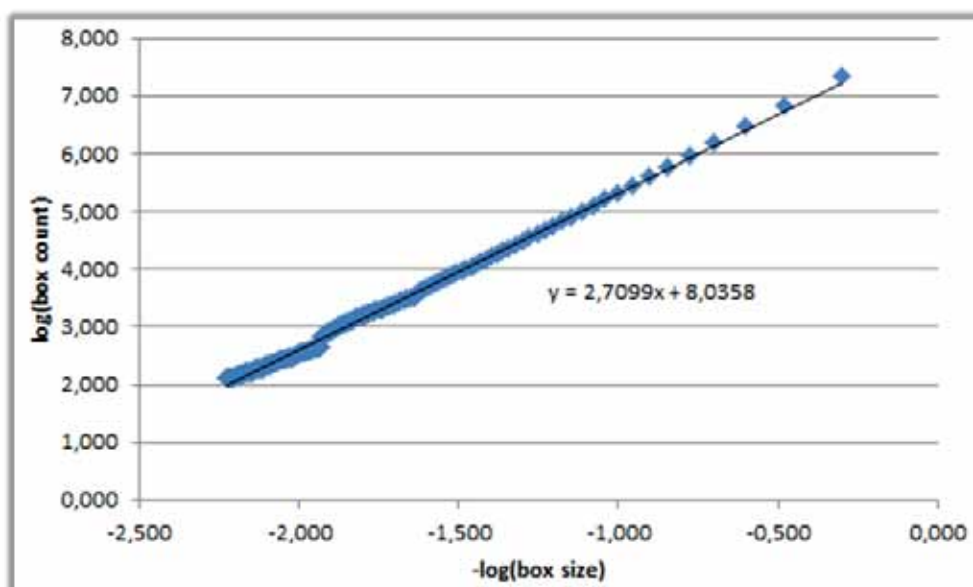


Figura 16 - Cálculo da dimensão fractal com o uso do método box-counting, onde o coeficiente angular da reta é igual a dimensão fractal.

6 RESULTADOS OBTIDOS E DISCUSSÃO

6.1 Amostras em Barras Retangulares

Foram ensaiadas 30 barras retangulares de cada condição, natural e com choque térmico, sendo que para cada uma das condições um valor foi descartado. Estas foram submetidas a um ensaio de flexão três pontos, sendo que os resultados encontrados estão mostrados nas tabelas abaixo (Tabela 1). A partir dos resultados obtidos foram calculados a resistência à fratura (σ_t) e a tenacidade a fratura (K_{IC}). A partir do método estatístico de *Weibull* foi possível identificar a qualidade dos dados obtidos.

6.1.1 Condição Natural

Os resultados obtidos para as amostras retangulares na condição natural podem ser verificados na Tabela 1.

Tabela 1– Resultados obtidos para 29 amostras na condição natural

<i>Amostras</i>	<i>Espessura(mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máx Força (N)</i>	<i>Máx Tensão (N/mm²)</i>	<i>Reistência a Fratura (Mpa)</i>
1	4,14	4,05	45,01	15,56	10,94
2	4,20	4,05	55,38	18,60	13,26
3	4,20	4,09	67,76	21,72	15,91
4	4,30	4,05	62,97	21,05	14,73
5	4,20	4,07	51,14	19,28	12,13
6	4,00	3,98	23,82	7,95	6,20
7	4,20	4,08	30,66	10,22	7,24
8	4,20	4,08	42,53	13,67	10,04
9	4,27	4,10	45,66	14,94	10,50
10	4,22	4,12	31,58	10,71	7,27
11	4,33	4,08	56,73	19,02	12,99
12	4,18	4,05	46,54	15,96	11,20
13	4,21	4,04	35,73	12,27	8,58
14	4,16	4,04	48,54	16,58	11,80
15	4,10	4,06	38,56	11,33	9,41

<i>Amostras</i>	<i>Espessura(mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máx Força (N)</i>	<i>Máx Tensão (N/mm²)</i>	<i>Resistência a Fratura (Mpa)</i>
16	4,15	4,06	39,40	13,46	9,50
17	4,17	4,04	54,51	19,34	13,21
18	4,50	4,04	30,19	10,25	6,78
19	4,18	4,02	10,50	3,57	2,57
20	4,11	4,01	34,09	12,15	8,51
21	4,22	4,06	33,10	10,83	7,85
22	4,21	3,99	89,25	28,82	21,97
23	4,25	3,97	62,22	22,00	15,33
24	4,18	4,04	53,10	18,91	12,84
25	4,09	4,02	44,38	15,92	11,08
26	4,22	4,00	49,31	16,65	12,05
27	4,26	4,04	55,62	22,81	13,20
28	3,96	4,00	38,54	13,89	10,04
29	4,30	4,02	53,80	19,49	12,78
<i>Média</i>	4,20	4,04	45,88	15,76	11,03
<i>Desvio Padrão</i>	0,10	0,04	15,18	5,25	3,66

Na Tabela 1 é possível verificar todos os dados obtidos durante o ensaio de flexão três pontos em barras retangulares. A partir destes dados foi calculada a resistência à fratura e utilizando o método estatístico de *Weibull* foi verificada a qualidade dos dados. Sendo o valor médio de resistência à fratura encontrada para esta condição de 11,00 MPa.

Na Figura 17 verifica-se o gráfico de Resistência à Fratura (MPa) *versus* Probabilidade de Fratura (%) sendo, segundo Monteiro (2010), o valor do coeficiente angular “m” da reta o valor correspondente ao Módulo de *Weibull* para a condição Natural.

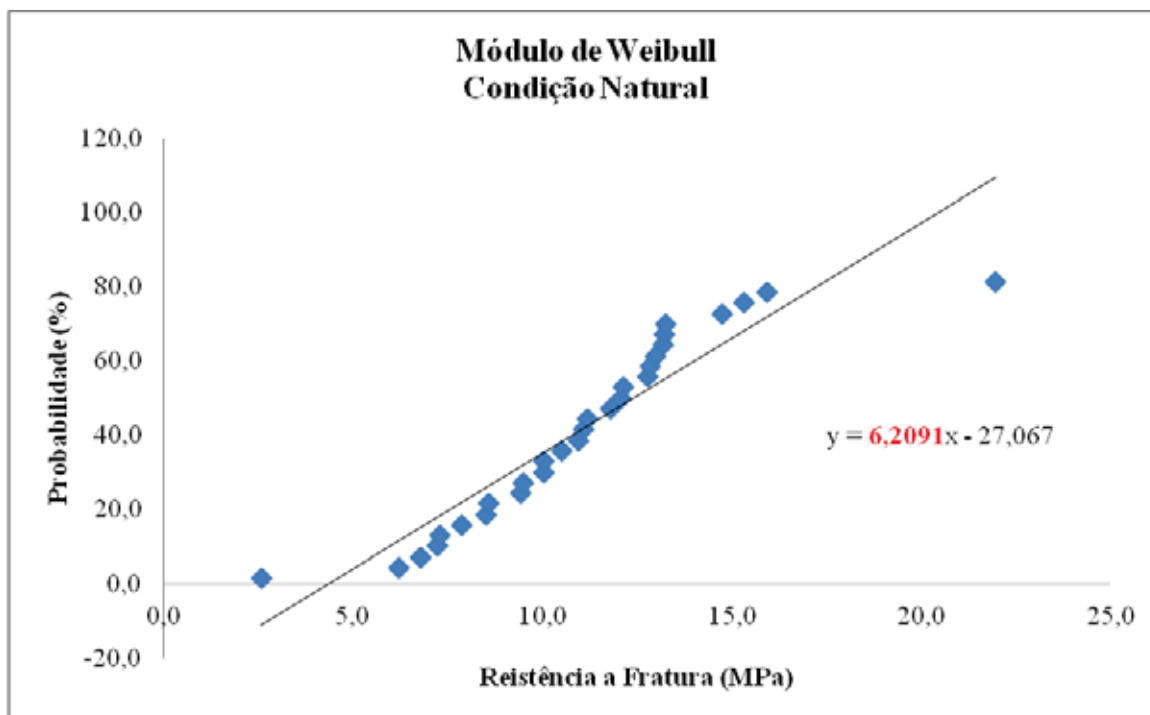


Figura 17 – Método estatístico de Weibull para a condição natural

A partir do gráfico acima (Figura 20) verifica-se considerável linearidade dos valores de resistência à fratura para a condição natural. Podendo se verificar que existe uma distribuição homogênea dos defeitos presentes nestas amostras.

6.1.2 Condição com Choque Térmico

O mesmo procedimento descrito anteriormente (item 6.1) foi novamente realizado para esta condição. Na Tabela 2 verificam se os valores obtidos para esta condição.

Tabela 2- Resultados obtidos para 29 amostras na condição com choque térmico

<i>Amostras</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máx Força (N)</i>	<i>Máx Tensão (N/mm²)</i>	<i>Resistência a Fratura (Mpa)</i>
1	4,09	3,93	40,52	16,95	10,58
2	4,27	4,10	40,00	12,86	9,19
3	4,00	4,05	31,12	11,52	7,83
4	4,18	4,14	46,45	15,43	10,70
5	4,07	4,00	39,96	14,47	10,13
6	4,16	4,02	36,81	12,50	9,04
7	4,19	3,88	36,32	13,54	9,50
8	4,07	3,97	30,54	18,89	7,85
9	4,01	3,68	55,73	18,56	16,93
10	4,09	4,05	39,39	14,01	9,69
11	4,10	4,09	35,98	13,16	8,66
12	4,20	4,23	36,60	12,65	8,04
13	4,17	3,96	44,57	15,73	11,25
14	4,11	4,03	43,37	12,54	10,72
15	4,01	3,95	35,06	15,46	9,25
16	4,04	4,02	41,73	13,21	10,55
17	4,03	3,98	19,64	11,01	5,08
18	4,00	3,98	33,83	12,38	8,81
19	4,02	4,01	20,60	13,72	5,26
20	4,08	3,81	41,42	11,85	11,54
21	4,05	3,94	20,35	12,63	5,34
22	4,14	3,92	38,88	13,15	10,08
23	4,00	3,95	38,62	15,88	10,21
24	4,15	4,02	41,96	11,41	10,32
25	4,20	4,03	30,02	14,89	7,26
26	4,02	4,19	48,27	16,24	11,29
27	4,00	4,04	46,78	16,74	11,82
28	4,14	4,11	46,05	10,07	10,87
29	4,03	4,52	22,93	10,92	4,60
<i>Média</i>	4,09	4,02	37,36	13,87	9,39
<i>Desvio Padrão</i>	0,08	0,14	8,73	2,26	2,48

Com os dados obtidos o procedimento descrito no item 6.1.1 foi repetido, foi calculada a resistência à fratura e posteriormente foi calculado o módulo de *Weibull*, os resultados podem ser verificados na Figura 18. Sendo o valor média de resistência à fratura encontrada para esta condição de 9,40 MPa.

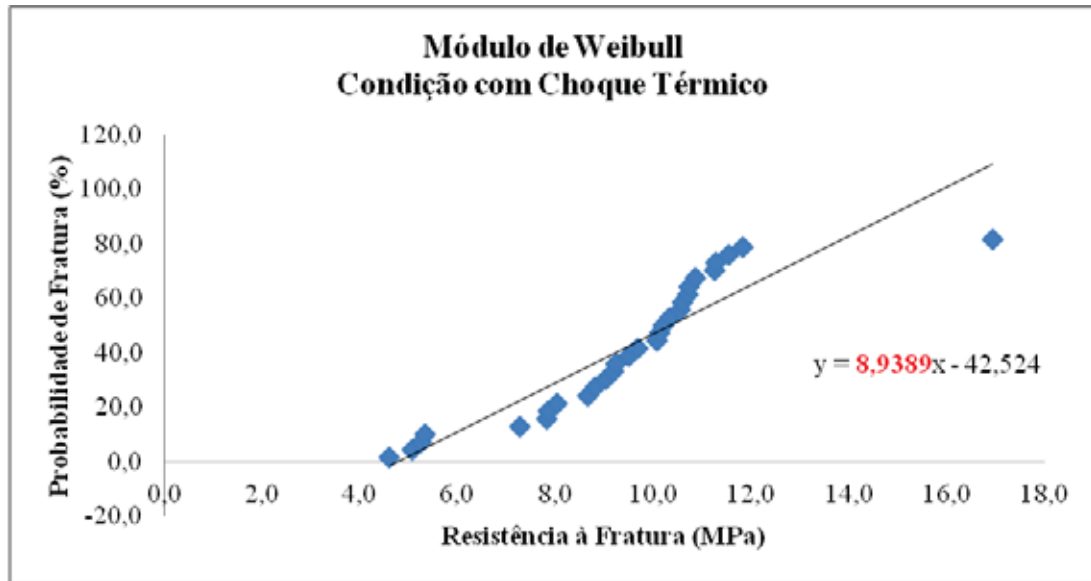


Figura 18 - Método estatístico de Weibull para a condição com choque térmico

De maneira semelhante, verifica-se uma boa linearidade dos dados obtidos mostrando que há uma boa distribuição dos defeitos.

Comparando os valores encontrados de Módulo de *Weibull* entre as condições nota-se que o valor para a condição com choque térmico é mais elevado que o valor na condição natural.

Monteiro (2001) afirma que quanto maior o valor de “m” (coeficiente angular) menor é a dispersão de dados e conseqüentemente mais homogênea é a distribuição de defeitos na microestrutura das amostras. Logo, verificamos que nas amostras que sofreram choque térmico a dispersão de defeitos é mais homogênea. Este fato é explicável pela presença de uma rede de microtrincas formadas após a realização do choque térmico.

Essa rede de microtrincas diminui a resistência à fratura das amostras, esse fato é confirmado quando os valores entre as condições são comparados (natural: 6,2091, com choque térmico: 8,9389). Notando-se que ocorreu uma diminuição de, aproximadamente, 16% do valor de resistência à fratura da condição com choque térmico em relação a condição natural.

6.2 Amostras SCB

As amostras SCB foram ensaiadas de maneira análoga às barras retangulares. Duas condições diferentes foram analisadas, sendo que foram analisadas 41 amostras de cada condição, destes valores obtidos foram considerados 39 válidos, pois dois valores da condição natural foram descartados, logo para a condição com choque térmico dois valores foram descartados aleatoriamente.

Após a realização do ensaio de flexão três pontos as fraturas das amostras foram analisadas e posteriormente foi calculada a dimensão monofractal para as condições, os valores foram comparados com a tenacidade à fratura e a resistência à fratura.

6.2.1 Condição Natural

Tabela 3– Resultados obtidos para 41 amostras na condição natural

<i>Amostra</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máxima Força (N)</i>	<i>Tensão Ruptura (N/mm²)</i>
1	3,40	46,34	2368,14	159,15
2	3,39	46,53	1918,08	129,13
3	3,82	47,25	1571,29	82,04
4	3,59	48,01	1202,68	69,97
5	3,74	47,00	1785,12	97,75
6	3,83	47,21	1475,93	76,73
7	3,97	47,09	1404,49	68,13
8	3,72	46,61	182,65	10,19
9	3,61	47,37	1370,37	79,91
10	3,79	47,33	1307,23	69,22
11	3,86	47,15	1700,02	87,12
12	3,66	47,18	134,60	77,73
13	3,65	47,53	1254,88	71,34
14	3,72	46,90	2609,52	144,80
15	3,84	46,30	1880,59	99,16
16	3,65	47,41	1354,13	77,18
17	3,70	47,26	3527,79	196,30
18	3,80	46,20	2687,62	145,03
19	3,64	46,27	1968,38	115,59
20	3,67	46,72	1397,51	79,95

<i>Amostra</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máxima Força (N)</i>	<i>Tensão Ruptura (N/mm²)</i>
21	3,63	46,80	678,64	39,62
22	3,63	47,65	2045,15	117,26
23	3,66	47,44	1074,73	60,88
24	3,66	46,50	1590,63	91,93
25	3,63	47,10	1822,29	105,70
26	3,65	47,07
27	4,03	46,82	1404,67	66,50
28	4,17	46,78	1578,94	68,88
29	3,75	47,20	1612,70	87,47
30	3,57	46,95	1704,72	102,56
31	3,68	47,02	1088,92	61,62
32	3,80	47,06	1325,07	70,20
33	3,75	46,96	2442,96	133,18
34	3,64	48,16
35	3,75	46,80	2896,19	158,42
36	3,75	46,62	879,94	48,32
37	4,19	46,71	1741,44	76,45
38	3,62	47,15	1773,89	103,36
39	3,84	46,74	1559,41	81,45
40	3,71	46,92	2055,84	114,60
41	3,80	46,86	1690,91	89,43
<i>Média</i>	3,73	47,00	1642,77	92,67
<i>Desvio Padrão</i>	0,16	0,43	658,16	35,92

Com os valores válidos determinados foi possível determinar os valores de tenacidade à fratura e resistência a fratura, os mesmos podem ser verificados na Tabela 4.

Tabela 4– Valores obtidos de Tenacidade à Fratura e Resistência à Fratura para a condição natural

<i>Amostra</i>	<i>Tenacidade à Fratura (Mpa)</i>	<i>Resistência à Fratura (MPa \sqrt{m})</i>
1	7,6	7,8
2	6,1	6,3
3	3,9	4,4
4	3,3	3,5
5	4,6	5,2
6	3,6	4,1
7	3,2	3,8
8	0,5	0,5
9	3,8	4,1

Amostra	Tenacidade a Fratura (Mpa)	Resistência à Fratura ($MPa \sqrt{m}$)
10	3,3	3,7
11	4,1	4,8
12	3,7	0,4
13	3,4	3,7
14	6,9	7,7
15	4,7	5,5
16	3,7	4,0
17	9,3	10,2
18	6,9	8,0
19	5,5	6,1
20	3,8	4,2
21	1,9	2,0
22	5,6	6,0
23	2,9	3,1
24	4,4	4,8
25	5,0	5,4
27	3,2	3,8
28	3,3	4,2
29	4,2	4,6
30	4,9	5,2
31	2,9	3,2
32	3,3	3,8
33	6,3	7,1
35	7,5	8,5
36	2,3	2,6
37	3,6	4,6
38	4,9	5,3
39	3,9	4,5
40	5,5	6,0
41	4,3	4,9
<i>Média</i>	4,41	4,80
<i>Desvio Padrão</i>	1,71	1,98

Na Tabela 3 é possível verificar todos os dados obtidos durante o ensaio de flexão três pontos em amostras semicirculares (SCB). A partir destes dados foi calculada a tenacidade à fratura (K_{IC}) e a resistência à fratura, estes valores podem ser verificados na Tabela 4. Utilizando o método estatístico de *Weibull* foi verificada a qualidade dos dados. Sendo o valor médio de tenacidade à fratura e resistência à fratura encontrada para esta, respectivamente, de 4,41 $MPa \sqrt{m}$ e 4,80 MPa.

Nas Figuras 19 e 20 verificam-se os gráficos, respectivamente de, de Tenacidade à Fratura ($MPa \sqrt{m}$) versus Probabilidade de Fratura (%) e Resistência à Fratura (MPa) versus Probabilidade de Fratura (%), sendo, segundo Monteiro (2010), o valor do coeficiente angular “m” da reta o valor correspondente ao Módulo de Weibull para a condição Natural.

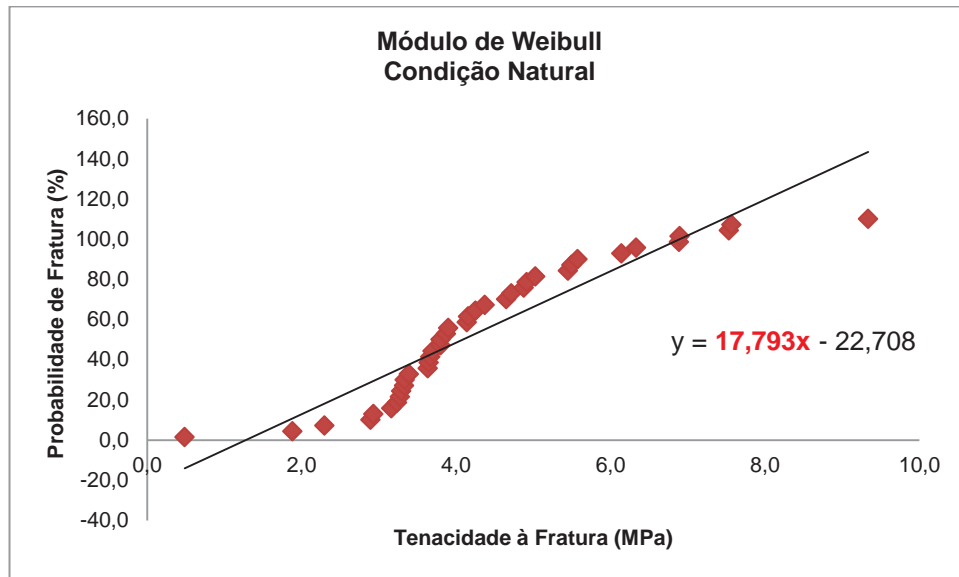


Figura 1911 - Método estatístico de Weibull para a condição natural (SCB) – Tenacidade à Fratura

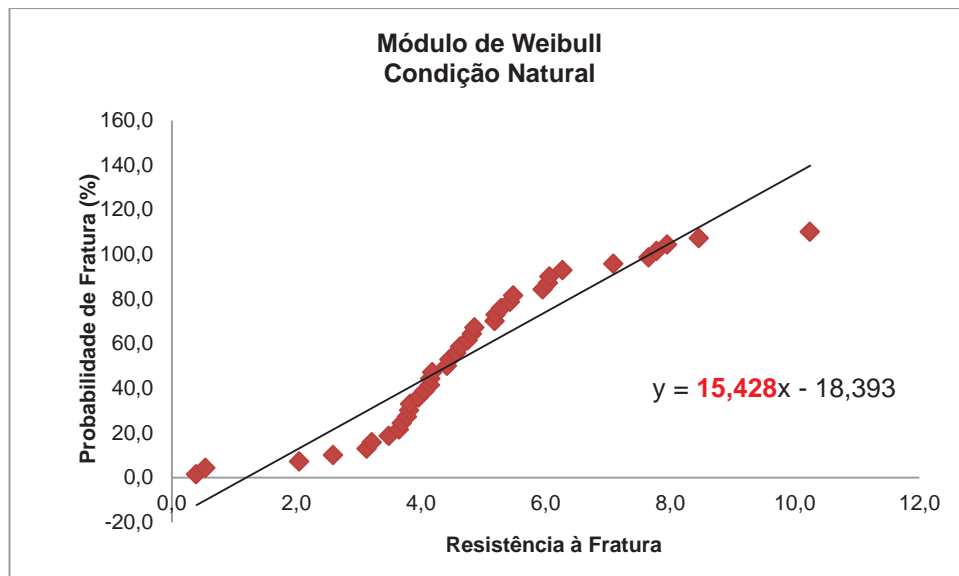


Figura 20 - Método estatístico de Weibull para a condição natural (SCB) – Resistência à Fratura

Segundo Monteiro (2001) quanto maior o valor de “m” (coeficiente angular) menor é a dispersão de dados e conseqüentemente mais homogênea é a distribuição de defeitos na microestrutura das amostras.

Logo verifica se que os valores de tenacidade á fratura tem uma dispersão mais homogênea do que os valores de resistência à fratura.

6.2.1.1 Cálculo Monofractal

Para o cálculo da dimensão monofractal (D_f) foi utilizado o método descrito no item 5.6.2. Foram escolhidas 10 amostras de cada condição para a realização do procedimento e cálculo da dimensão, as amostras foram escolhidas aleatoriamente.

Após a construção do mapa de elevação das amostras escolhidas e utilizando o método *Box-Counting*, foi calculado o valor da Dimensão Monofractal para as amostras. Os valores foram plotados em um gráfico de Posição *versus* Dimensão Monofractal (D_f), conforme verificado na Figura 21.

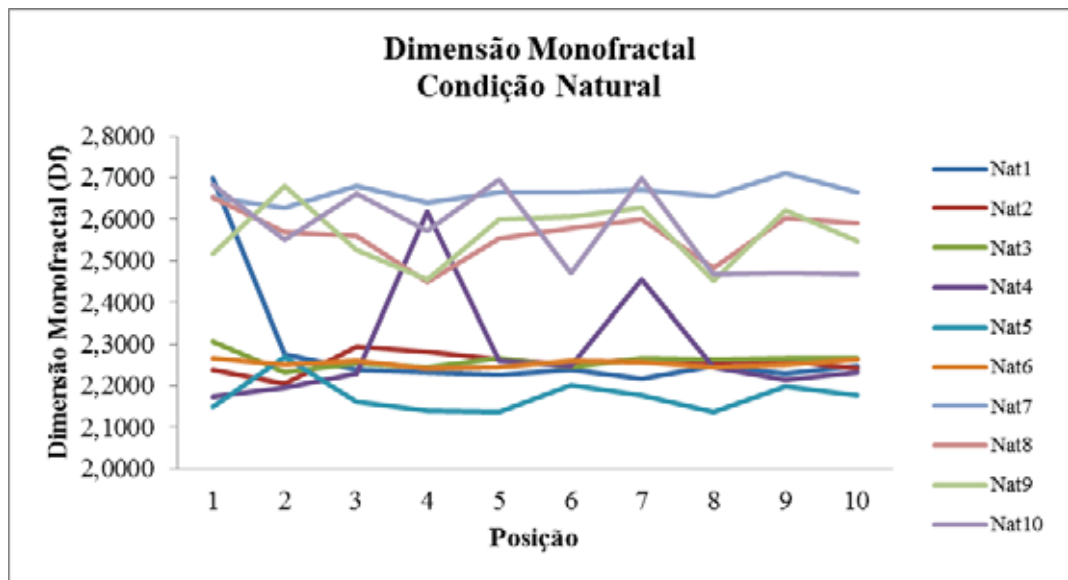


Figura 21 – Dimensão monofractal ao longo da fratura – condição natural

A partir da Figura 21, pode se verificar que os valores da Dimensão Monofractal (D_f) se dividem em dois patamares. Este fato pode estar relacionado a uma maior ou menor

incidência de defeitos, pois as amostras foram produzidas em dois lotes, podem assim em um dos lotes ter ocorrido uma maior incidência de defeitos, sendo estes provenientes de poros, grãos mais duros, trincas formadas durante a sinterização entre outros.

6.2.1.2 Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura (K_{IC})

A partir dos dados obtidos de dimensão monofractal e conhecendo os valores de tenacidade à fratura, estes foram plotados em gráfico de modo a analisar a variação da tenacidade das amostras cerâmicas em condição natural em relação a dimensão monofractal. Os resultados obtidos podem ser verificados na Figura 22.

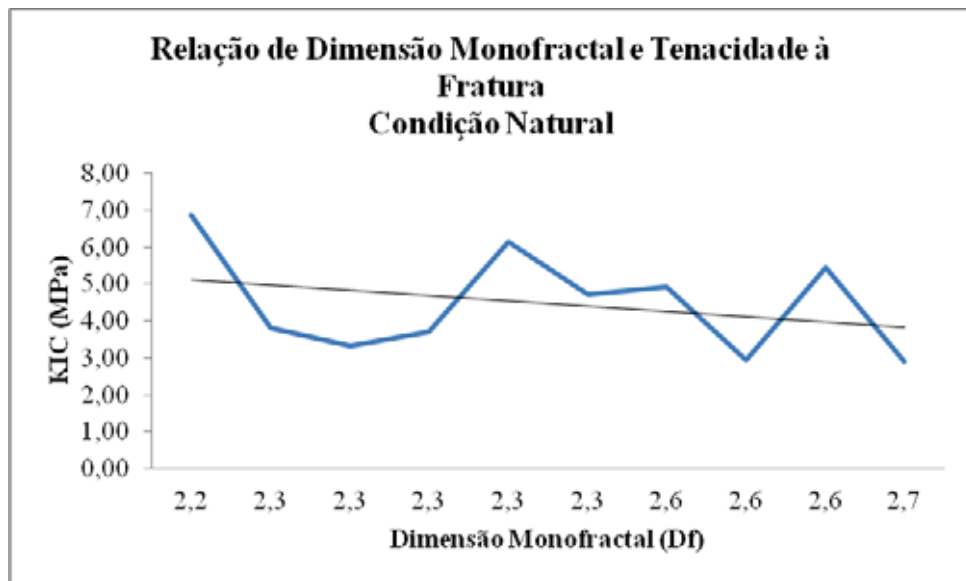


Figura 22 12– Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura – condição natural

Analisando o gráfico (Figura 22) da relação entre a dimensão monofractal (D_f) e a tenacidade à fratura (K_{IC}), pode se verificar que para esta condição, natural, não existe uma relação clara entre tais parâmetros analisados. Como os valores encontrados para monofractal se encontram em patamares diferentes, esse fato pode ter influenciado na correlação, dificultando a análise dos resultados obtidos.

6.2.1.3 Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura (σ_t)

A partir dos resultados obtidos para dimensão monofractal e resistência à fratura este foram plotados em um gráfico de modo a analisar sua relação. Os valores podem ser verificados na Figura 23.

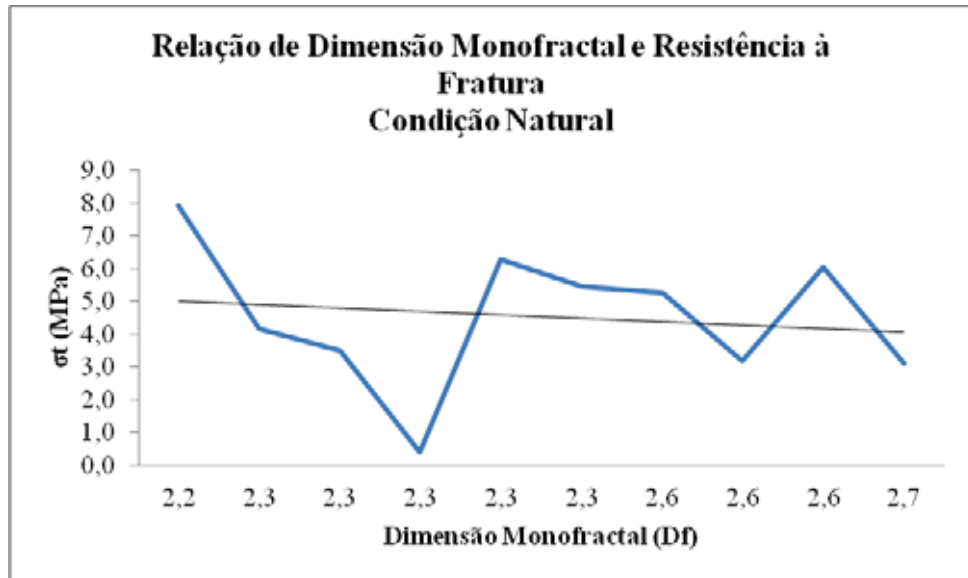


Figura 23- Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura – condição natural

De maneira análoga a relação entre Tenacidade à fratura, não foi possível concluir nenhuma relação entre a dimensão monofractal e a resistência à fratura, assim como discutido no item anterior (item 6.2.1.2).

6.2.2. Condição Com Choque Térmico

Na tabela 5 verificam todos os resultados obtidos para as 41 amostras ensaiadas na condição com choque térmico.

Tabela 5- Resultados obtidos para 41 amostras na condição com choque térmico

<i>Amostra</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máxima Força (N)</i>	<i>Tensão de Ruptura (N/mm²)</i>
1	3,60	46,64	128,42	6,96
2	3,68	46,89	1159,88	65,76
3	3,77	47,00	1119,31	60,32
4	3,69	46,92	932,07	52,22
5	3,76	47,12	1131,68	60,88
6	3,68	47,34	378,39	21,01
7	3,73	46,66	254,94	12,35
8	3,62	47,84	265,57	14,68
9	3,82	47,58	523,49	27,14
10	3,82	46,92	446,44	23,17
11	3,79	46,53	924,51	49,65
12	3,79	46,83	11,15	0,00
13	3,68	46,60	431,77	23,83
14	3,76	47,69	428,97	22,21
15	3,70	46,22	170,52	8,96
16	3,80	47,22	1630,13	86,07
17	3,63	46,43	262,45	15,11
18	3,85	47,20	1242,02	63,36
19	3,74	47,28	654,07	35,59
20	3,90	47,43	905,49	45,19
21	3,82	47,37	713,96	37,59
22	3,71	47,21	1203,58	66,68
23	3,70	46,85	1349,82	75,76
24	3,68	47,73	1455,62	81,58
25	3,53	47,94	580,00	34,00
26	3,67	47,11	1130,82	63,85
27	3,74	47,15	989,08	53,99
28	3,80	47,34	965,03	50,82
29	3,69	46,84	948,81	53,32
30	3,74	47,11	1295,04	70,75
31	3,59	48,33	79,16	39,99
32	3,83	46,81	203,40	10,66
33	3,58	47,26	1105,92	65,68
34	3,69	47,24	1116,86	65,51
35	3,76	47,20	840,77	45,36
36	3,60	46,26	610,94	36,69
37	3,65	47,24	1266,82	72,24
38	3,68	46,76	250,47	14,23
39	3,89	46,64	1769,92	90,28
40	3,60	47,17	287,78	15,56
41	2,98	47,94	396,03	33,49

<i>Amostra</i>	<i>Espessura (mm)</i>	<i>Largura (mm)</i>	<i>Máxima Força (N)</i>	<i>Tensão de Ruptura (N/mm²)</i>
<i>Média</i>	3,70	47,12	769,78	43,23
<i>Desvio Padrão</i>	0,14	0,46	464,52	24,47

Conhecendo os valores válidos, foi possível calcular a tenacidade à fratura e a resistência à fratura para as amostras na condição com choque térmico, os valores podem ser verificados na Tabela 6.

Tabela 6- Valores obtidos de Tenacidade à Fratura e Resistência à Fratura para a condição com choque térmico

<i>Amostra</i>	<i>Tenacidade a Fratura (Mpa)</i>	<i>Resistência à Fratura (Mpa)</i>
1	0,33	0,39
2	3,13	3,44
3	2,87	3,23
4	2,48	2,75
5	2,90	3,25
6	1,00	1,10
7	0,59	0,75
8	0,70	0,77
9	1,29	1,45
10	1,10	1,27
11	2,36	2,70
12	0,00	0,03
13	1,13	1,30
14	1,06	1,20
15	0,43	0,52
16	4,09	4,62
17	0,72	0,80
18	3,01	3,48
19	1,69	1,88
20	2,15	2,48
21	1,79	2,00
22	3,17	3,49
23	3,60	3,99
24	3,88	4,17
25	1,62	1,72
26
27	2,57	2,86

<i>Amostra</i>	<i>Tenacidade a Fratura (Mpa)</i>	<i>Resistência à Fratura (Mpa)</i>
28	2,42	2,72
29	2,54	2,81
30	3,36	3,74
31	1,90	0,23
32	0,51	0,58
33	3,12	3,32
34
35	2,16	2,41
36	1,74	1,90
37	3,44	3,73
38	0,68	0,75
39	4,29	5,02
40	0,74	0,86
41	1,59	1,39
<i>Média</i>	2,00	2,18
<i>Desvio Padrão</i>	1,17	1,34

Na Tabela 5 é possível verificar todos os dados obtidos durante o ensaio de flexão três pontos em amostras semicirculares (SCB). A partir destes dados foi calculada a tenacidade à fratura (K_{IC}) e a resistência à fratura, estes valores podem ser verificados na Tabela 6. Utilizando o método estatístico de *Weibull* foi verificada a qualidade dos dados. Sendo o valor médio de tenacidade à fratura e resistência à fratura encontrada para esta, respectivamente, de 2,00 $MPa \sqrt{m}$ e 2,18 MPa.

Nas Figura 24 e 25 verificam-se os gráficos, respectivamente de, de Tenacidade à Fratura ($MPa \sqrt{m}$) versus Probabilidade de Fratura (%) e Resistência à Fratura (MPa) versus Probabilidade de Fratura (%).

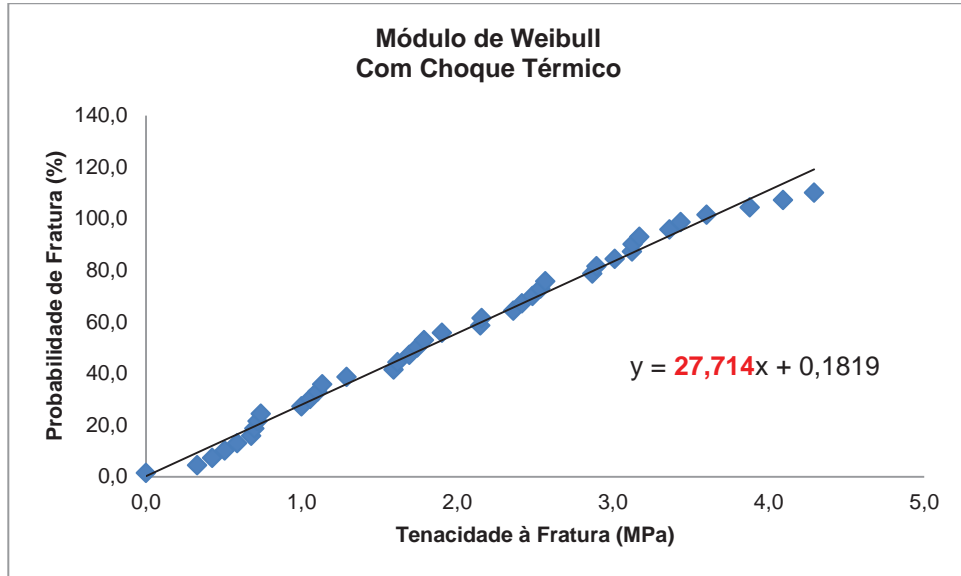


Figura 24 - Método estatístico de Weibull para a condição com choque térmico (SCB) – Tenacidade à Fratura

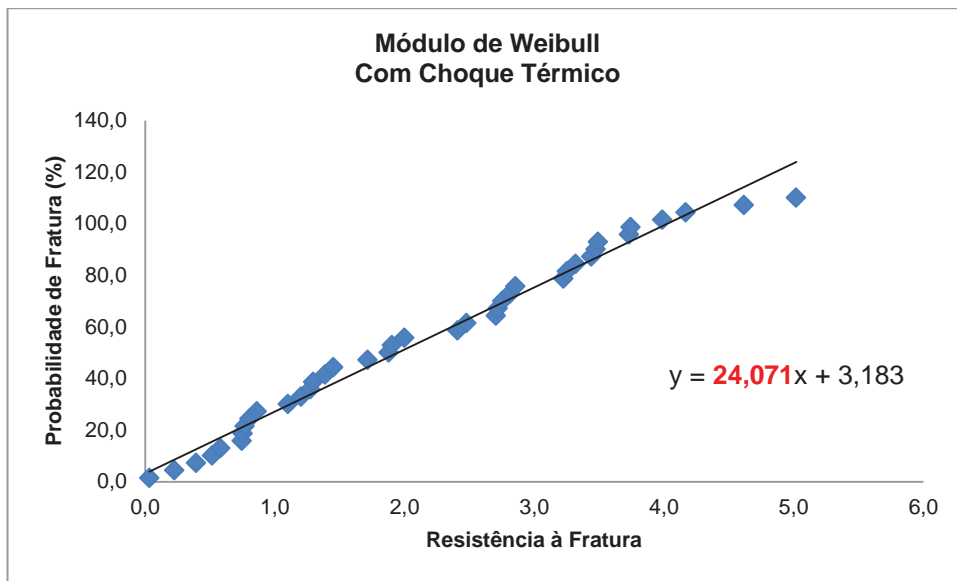


Figura25 – Método estatístico de Weibull para a condição com choque térmico (SCB) – Tenacidade à Fratura

De maneira semelhante a condição natural verifica se que os valores de tenacidade à fratura são mais homogêneos que os valores de resistência à fratura.

6.2.2.1 Cálculo da Dimensão Monofractal

Para o cálculo da dimensão monofractal (D_f) foi utilizado o método descrito no item 5.6.2. E assim como para a condição natural, foram escolhidas 10 amostras de cada condição para a realização do procedimento e cálculo da dimensão, as amostras foram escolhidas aleatoriamente.

De maneira análoga a condição natural, após a construção do mapa de elevação das amostras escolhidas e utilizando o método *Box-Counting*, foi calculado o valor da Dimensão Monofractal para as amostras. Os valores foram plotados em um gráfico de Posição *versus* Dimensão Monofractal (D_f), conforme verificado na Figura 35.

A partir da Figura 21, pode se verificar que os valores da Dimensão Monofractal (D_f), assim como a condição natural, se dividem em dois patamares. Como foi explicado, as amostras foram produzidas em dois lotes, podendo ter ocorrido uma diferença na quantidade de defeitos. Porém, nessa condição verifica-se que a maioria das amostras analisadas apresentam uma faixa de valores parecidas de dimensão monofractal, como pode ser verificado na Figura 26. Afinal o tratamento de choque térmico aumenta a quantidade de defeitos presentes nas amostras.

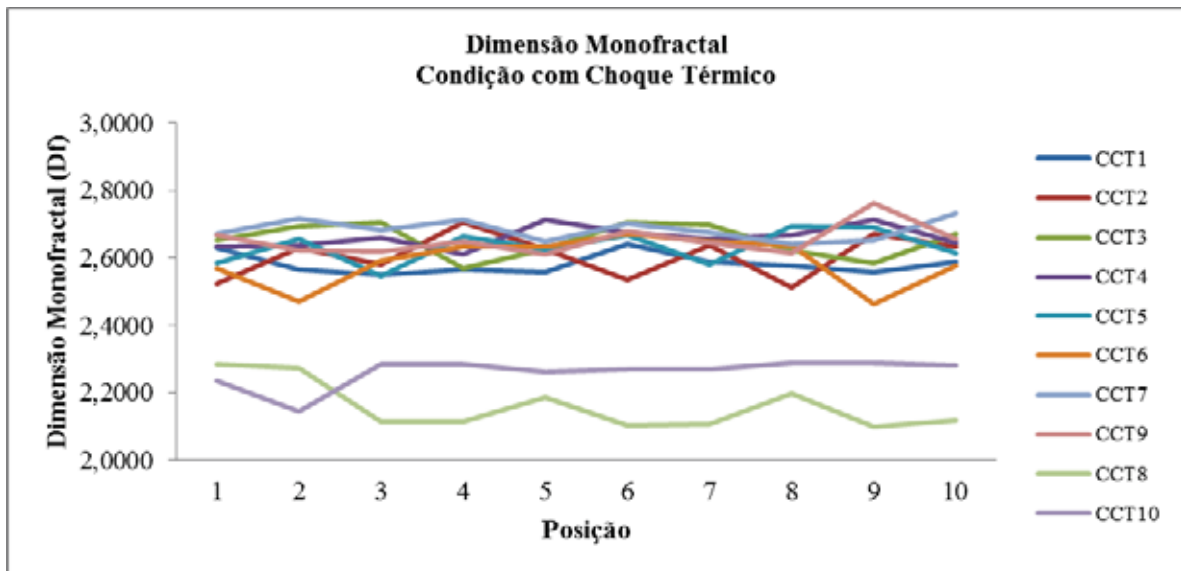


Figura 26 – Dimensão monofractal ao longo da fratura – condição com choque térmico

6.2.2.2 Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura (K_{IC})

Conhecendo os valores de dimensão fractal e os valores de tenacidade à fratura para as amostras analisadas, foi plotado um gráfico de modo a analisar a variação da tenacidade das amostras cerâmicas em condição com choque térmico em relação a dimensão monofractal. Os resultados obtidos podem ser verificados na Figura 27.

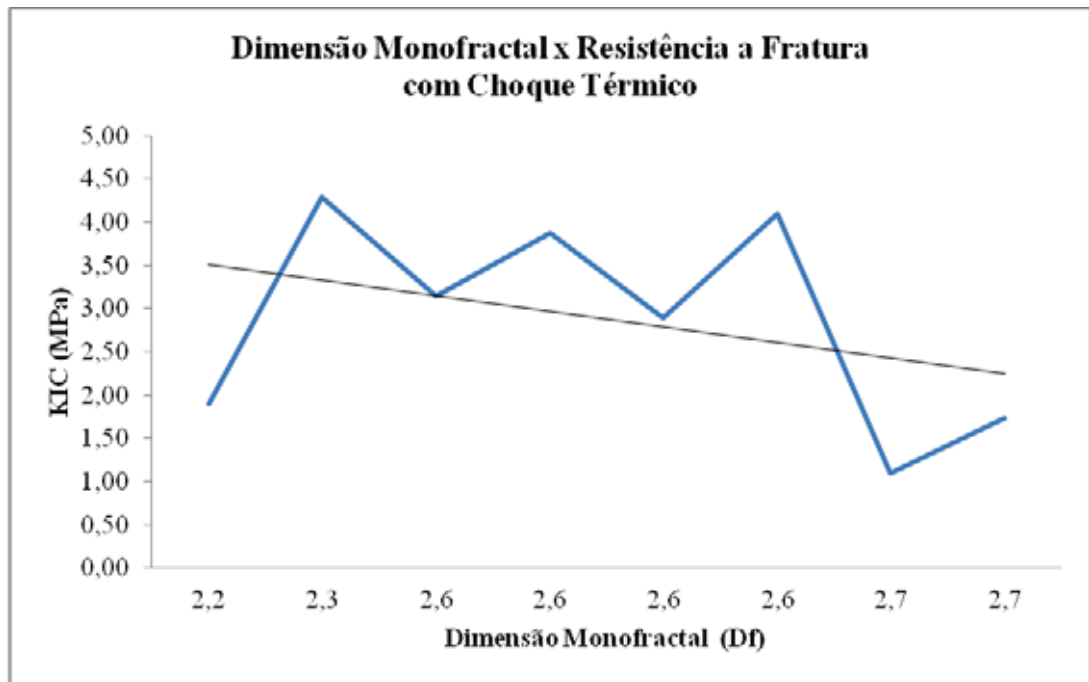


Figura 27 – Relação entre Dimensão Monofractal e Tenacidade à Fratura – condição com choque térmico

A partir dos dados obtidos e analisando o gráfico plotado (Figura 27), foi possível verificar uma queda dos valores de tenacidade à fratura em relação ao aumento da dimensão monofractal. Este era um resultado esperado, uma vez que o aumento da incidência de defeitos aumenta os valores de dimensão fractal e diminui a resistência dos materiais. Neste caso, a rede de microtrincas que surge após o tratamento de choque térmico seria responsável pela diminuição da tenacidade.

6.2.2.3 Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura

Conhecendo os valores de dimensão monofractal ao longo da fratura para condição com choque térmico e os valores resistência à fratura, estes foram plotados em um gráfico de modo a analisar sua relação. Os valores podem ser verificados na Figura 28.

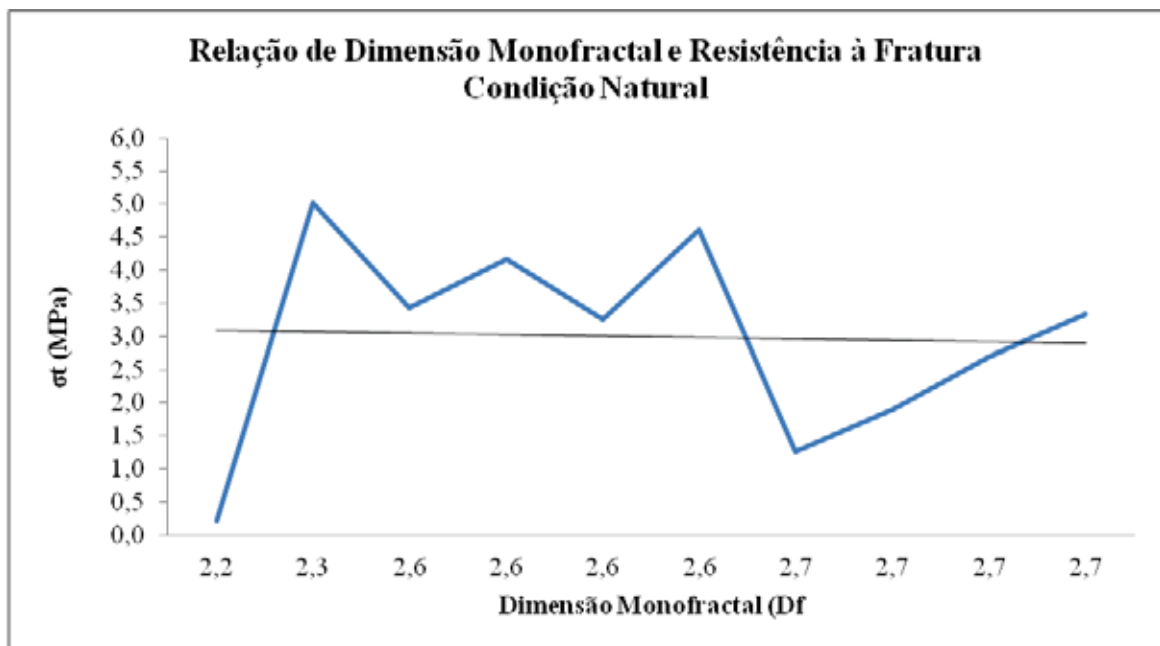


Figura 28 - Relação entre Dimensão Monofractal e Resistência à Fratura – condição com choque térmico

Neste caso, a partir dos dados obtidos (Figura 28), não foi possível verificar nenhuma relação existente entre o aumento da dimensão monofractal com a resistência à fratura.

6.3 Comparação entre condições

A partir dos resultados encontrados e discutidos anteriormente é possível comparar os valores entre as condições, e verificar quanto o tratamento de choque térmico influencia nas características das amostras.

6.3.1 Amostras em Barras Retangulares

Na Tabela 7 pode se verificar os valores encontrados de resistência à fratura entre as condições para as amostras em barras retangulares.

Tabela 7– Valores de resistência à fratura entre condições – barra retangular

<i>Condição</i>	<i>Resistência à Fratura (MPa \sqrt{m})</i>
<i>Natural</i>	11,0
<i>Com Choque Térmico</i>	9,4

Analisando comparativamente os resultados entre condições (Tabela 7), verifica-se que as amostras com choque térmico tiveram uma redução de, aproximadamente, 14,5% na resistência à fratura em relação às amostras na condição natural. Esse foi um resultado esperado, pois sabe-se que o tratamento de choque térmico aumenta a quantidade de defeitos nas amostras, diminuindo sua resistência à fratura.

6.3.2 Amostras SCB

Na Tabela 8 pode se verificar os valores encontrados para as condições natural e com choque térmico para as amostras SCB.

Tabela 8- Valores comparados entre condições – SCB

<i>Condição</i>	<i>Tenacidade à Fratura (KIC)</i>	<i>Resistência à Fratura (MPa \sqrt{m})</i>	<i>Dimensão Monofractal (Df)</i>
<i>Natural</i>	4,4	4,8	2,4
<i>Com Choque Térmico</i>	2,0	2,2	2,5

A partir dos dados verificados na Tabela 8, pode se notar que as amostras que sofreram choque térmico, tiveram em média, uma redução de 42,6% nos valores de tenacidade à fratura e 43,1% nos valores de resistência à fratura.

Logo pode se concluir que o tratamento de choque térmico prejudica muito a resistência mecânica dos materiais cerâmicos, esse fato pode ser notado também pelo aumento dos valores médios de dimensão monofractal aumento de aproximadamente 4,0%. Uma vez que o aumento do valor da dimensão fractal está diretamente ligado ao surgimento da rede de microtrincas após a realização do choque térmico, sendo este também o principal motivo para a diminuição drástica dos valores de resistência e tenacidade.

Na Figura 38 é possível verificar a distribuição, ao longo da fratura, da dimensão monofractal, notando claramente que os valores da dimensão monofractal são maiores em amostras que sofreram choque térmico em relação à condição natural. Porém, nesta comparação, apenas 5 amostras de cada condição foram consideradas. Sendo que foram desconsideradas as amostras que apresentavam altos desvios em relação ao valor da média geral para cada condição.

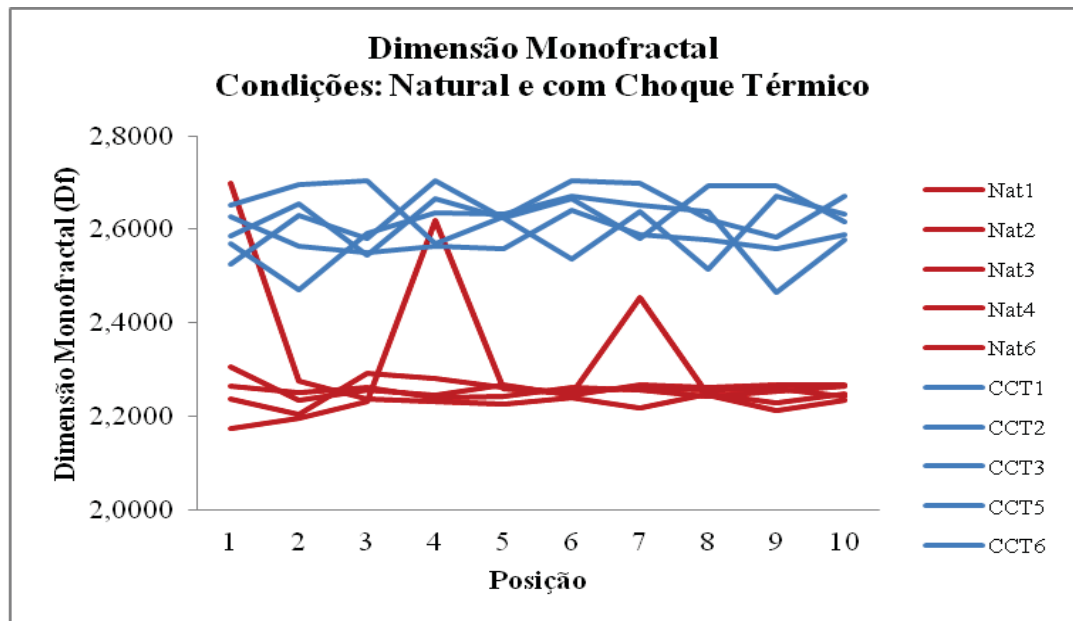


Figura 29 – Dimensão monofractal ao longo da fratura – condições natural e com choque térmico

Sendo:

- Curva em “azul”: condição com choque térmico
- Curva em “vermelho”: condição natural
-

6.3.3 Comparação entre Tipos de Amostras

Na Tabela 8 pode se verificar os valores encontrados para o Módulo de Weibull para ambas as condições, comparando o tipo de amostra utilizado.

Tabela 9 – Valores do coeficiente de Weibull “m” entre tipos de amostras

<i>Formato</i>	<i>"m" - Resistência à Fratura</i>	
	Natural	Com Choque Térmico
<i>Barras Retangulares</i>	6,2	8,9
<i>SCB</i>	15,4	24,1

A partir dos dados mostrados na Tabela 9, verifica se que os valores do módulo de *weibull* aumentam em relação ao tipo de amostra utilizada. Nas amostras em barras retangulares houve um aumento do coeficiente de *Weibull* quando as amostras sofrem choque térmico, mas nas amostras SCB esse valor diminui.

Segundo Monteiro (2001) quanto maior o valor de “m” (coeficiente angular) menor é a dispersão de dados e conseqüentemente mais homogênea é a distribuição de defeitos na microestrutura das amostras. Esse fato pode ser facilmente verificado ao comparar os resultados, mostrando que os valores nas amostras SCB estão mais homogeneamente divididos. Sendo que esse resultado era esperado, pois quanto maior o volume do corpo de prova, maior é a probabilidade de se encontrar um defeito em alguma posição crítica.

7 CONCLUSÃO

A partir dos dados obtidos foi possível concluir que:

- Sobre a resistência a fratura:

A partir dos resultados obtidos para ambas as condições e ambos os tipos de formato das amostras, nota-se uma grande diminuição dos valores de resistência a fratura nas amostras que sofreram choque térmico. Este fato já era esperado, uma vez que ao sofrerem essa mudança brusca de temperatura surgem vários defeitos ao longo das amostras, sendo o principal defeito a presença de microtrincas, diminuindo assim a resistência das amostras;

- Método Estatístico de Weibull:

Foi verificado que nas amostras que sofreram choque térmico a dispersão de defeitos é mais homogênea, mais uma vez explicado pelo fato do aparecimento de microtrincas ao longo da fratura após sofrerem a variação brusca de temperatura. Em contra partida há uma diminuição dos valores de resistência mecânica para as mesmas amostras, o que foi um resultado esperado uma vez que a rede de microtrincas gerada após o tratamento de choque térmico diminui a resistência mecânica das amostras. Entre os tipos de amostras foi verificado um aumento dos valores do coeficiente “m” das amostras em barras retangulares em relação às amostras SCB, esse fato era esperado, pois com o aumento das dimensões do corpo de prova ocorre um aumento da probabilidade de defeitos, logo um aumento dos valores de “m”.

- Dimensão Monofractal:

Foi concluído que os valores de dimensão monofractal encontrados para as amostras com choque térmico são mais elevados que os valores das amostras sem choque. A maior presença de defeitos que surgem após a realização do choque térmico pode ser correlacionada ao aumento da rugosidade ao longo da fratura explicando os maiores valores de dimensão monofractal para as amostras nessas condições

8 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ALBERO, J. L. A. **“A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial” – Parte I: O preenchimento das cavidades do molde.** Instituto de Tecnologia Cerâmica, Universidade de Valência, setembro/outubro 2000.

ALBERO, J. L. A. **“A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial” – Parte II: A compactação.** Instituto de Tecnologia Cerâmica., Asociación di Investigación de las Industrias Cerámicas, Universitat Jaume I. Castellón, Espanha, novembro/dezembro 2000.

ALBERO, J. L. A. **“A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial” – Parte III: Variáveis do Processo de Compactação. .** Instituto de Tecnologia Cerâmica., Asociación di Investigación de las Industrias Cerámicas, Universitat Jaume I. Castellón, Espanha, janeiro/fevereiro 2001.

ALBERO, J. L. A. **“A operação de prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial” – Parte IV: Extração da peça e Resistência Mecânica Verde.** Instituto de Tecnologia Cerâmica, Universidade de Valência, março/abril 2001.

ALVAREZ, H. I. P. **“Ensaio Não Convencionais para Determinação da Tenacidade à Fratura em Rochas: Análise e Comparação”.** Dissertação apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Carlos, para obtenção do título de Mestre em Geotecnia, São Carlos – SP, 2004.

ASSIS, T.A., MIRANDA, J.G.V., MOTA, F.B., ANDRADE, R. F. S., CASTILHO, C. M. C. **“Geometria Fractal: Propriedades e Características de Fractais Ideais”.** Universidade Federal da Bahia, Salvador-Ba, 2007.

ASTM – American Society for Testing and Materials, **Standard Test method for determinacion of thermal shock resistance for advanced ceramics by water quenching,** ASTM C1525-04, volume 15.01, 2004.

AYATOLLAHI, M.R., ALIHA, M.R.M., HASSANI, M.M. “**Mixed mode brittle fracture in PMMA — An experimental study using SCB specimens**”. Fatigue and Fracture Laboratory, Department of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Narmak, 16844 Tehran, Iran, 2005.

BACKERS, A. R., BRUNO, O. M. “**Técnicas de Estimativa da Dimensão Fractal: Um Estudo Comparativo**”. Instituto de Ciências Matemáticas de Computação, Universidade de São Paulo, São Paulo – SP, 2005.

BARSOUM, M. W. Fundamentals of ceramics. Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, 2003.

BOSCHI, A. O. “**Tecnologia de Cerâmicas Avançadas Aplicada a Revestimentos Cerâmicos**”. Departamento de Engenharia de Materiais, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos-SP, 1996.]

CALLISTER JR, W. D. Fundamentos da ciência e engenharia de materiais – uma abordagem integrada. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora S.A. - LTC, 2006, 2 ed, pág 29.

CAMPOS, K.A. “**Fractografia quantitativa: análise do comportamento fractal de fratura em compósitos carbono/epóxi, por processamento digital de imagens.**” Dissertação (mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2010.

CARPINTERI, A., CHIAIA, B., CORNETTI, P., A fractal theory for the mechanics of elastic materials, **Materials Science & Engineering A**, v.365, p. 235-240, 2004.

COSTA, D. J. **Caracterização Térmica e Mecânica de Cerâmicas Porosas com camadas de TiO₂ e Al₂O₃**. Dissertação apresentada à Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista, para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, Guaratinguetá, 2006.

FRANCO, L.A.L., GRAÇA, L.A., SILVA, F.S. **“Fractography analysis and fatigue of thermoplastic composite laminates at different environmental conditions”**. Comando-Geral de Tecnologia Aeroespacial (CTA), Instituto Tecnológico da Aeronáutica (ITA)/Instituto de Aeronáutica e Espaço (IAE)-Divisão de Materiais (AMR), Praça Mal-Ar Eduardo Gomes 50, S.J. Campos, SP, 2007.

HOROVISTIZ, A.L. **“Técnicas e parâmetros para análise de perfis na fractografia quantitativa”**. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica - Materiais) – Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá, Universidade Estadual Paulista, Guaratinguetá, 2000.

HOROVISTIZ, A.L., CAMPOS, K.A., PRADO, C.C.S., SHIBATA, S., HEIN L.R.O., **Fractal characterization of brittle fracture in ceramics under mode I stress loading**, Materials Science and Engineering A, vol. 527, p. 4847-4850 - 2010.

HULL, D., **“Fractography: observing, measuring, and interpreting fracture surface topography”**, Cambridge University Press, 1999. 366p.

KAYE, B., Image analysis techniques for characterizing fractal structures, In: AVNIR, D. **“The fractal approach to heterogeneous chemistry”**, John Wiley & Sons, p. 55-66, 1989.

KINGERY, W. D., BIRNIE III, D., CHIANG, Y. Physical Ceramics – Principles for Ceramic Science and Engineering. USA: John Wiley & Sons, Inc. - 1997

MARQUES, T. P. Z. **“Fractografia Quantitativa de Superfícies Obtidas em Ensaios de Propagação de Trincas por Fadiga de Aço Inoxidável 15-5PH”**. Dissertação (Mestrado) - Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, 2012.

MECHOLSKY JR., J.J., Estimating theoretical strength of brittle materials using fractal geometry, **“Materials Letters”**, v. 60, p. 2485-2488, 2006.

MONTEIRO, A. L. P. **“Um Sistema para o Cálculo da Resistência Mecânica de Materiais Frágeis pelo Método Estatístico de Weibull”**. Monografia apresentada à Faculdade de

Engenharia de Guaratinguetá da Universidade Estadual Paulista, como obtenção do título de Especialista em Informática Empresarial, Guaratinguetá – SP, 2001.

PADILHA, A. F. Materiais de engenharia. São Paulo: Hemus Editora Ltda, 1997, pág 67.

SOARES, W.A. “**Determinação de Parâmetros da Mecânica da Fratura a Partir de Imagens Fotoelásticas Usando Processamento Digital**”. Dissertação (Doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, INPEN, São Paulo – SP, 1997.

WEST, J.K., MECHOLSKY JR., J.J., HENCH, L., The application of fractal and quantum geometry to brittle fracture, “**Journal of Non-Crystalline Solids**”, v.260, p. 99-108, 1999.