

## CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL VIABILIZANDO ENSAIO DE TENACIDADE À FRATURA EM COMPÓSITOS CERÂMICOS DE TiB<sub>2</sub>-AlN VIA SPS\*

Larissa Gomes Simão<sup>1</sup>  
Luiz Antônio Fonseca Peçanha Júnior<sup>2</sup>  
Ana Lúcia Diegues Skury<sup>3</sup>  
Michel de Oliveira Picanço<sup>4</sup>  
Sérgio Neves Monteiro<sup>5</sup>

### Resumo

Compósitos à base de diboreto de titânio (TiB<sub>2</sub>) e nitreto de alumínio (AlN) vêm demonstrando propriedades interessantes quando comparados aos seus materiais de origem. Um exemplo é a melhor relação entre resistência mecânica e tenacidade. Propriedades como dureza a quente e tenacidade à fratura são de extrema relevância para a análise de compósitos cerâmicos destinados a aplicações termomecânicas. No entanto, para determiná-las com confiabilidade há a necessidade de uma superfície rigorosamente preparada. Tal preparação torna-se extremamente dispendiosa pelas técnicas metalográficas convencionais. O presente trabalho tem como objetivo registrar uma rota de preparação que viabilize uma superfície livre de irregularidades e resquícios oriundos do processo de sinterização. Possibilitando, desta forma, a realização de ensaios de dureza Vickers e tenacidade à fratura com maior confiabilidade, e ainda, uma análise microestrutural que revele características da matriz e fase dispersa presentes no compósito.

**Palavras-chave:** Identação Vickers; tenacidade à fratura; Preparação de amostras.

### MICROSTRUCTURAL CHARACTERISATION ENABLING FRACTURE TOUGHNESS TESTING IN CERAMICS COMPOSITES OF TiB<sub>2</sub>-AlN BY SPS

#### Abstract

Aluminum nitride (AlN) and titanium diboride (TiB<sub>2</sub>) composites have been presenting better properties than primary materials. An example is a better relation among mechanical strength and toughness. Properties as hardness and fracture toughness are extremely important for ceramics composites analysis applied in the machining of cutting tools. However, the accuracy of these results depends on a surface thoroughly well prepared. Nevertheless the preparation of these samples is practically impossible through the use of conventional techniques. This study intends to present a solution to this problem enabling a surface without irregularities and traces from sintering process. Also, it provides results with greater reliability in further tests as Vickers hardness and fracture toughness. Moreover, this procedure allowed a microstructural analysis that revealed characteristics of matrix and dispersed phase of composite.

**Keywords:** Vickers indentation; Fracture toughness; Sample preparation.

<sup>1</sup> Estudante de Engenharia Metalúrgica, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>2</sup> Engenheiro Metalúrgico, Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais, Professor, Instituto Federal Fluminense, Cabo Frio, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>3</sup> Bacharelado e Licenciatura em Física, Doutora em Engenharia e Ciência dos Materiais, Professora, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>4</sup> Engenheiro Metalúrgico, Doutorando em Engenharia e Ciência dos Materiais, Técnico de Nível Superior, Universidade Estadual do Norte Fluminense, Campos dos Goytacazes, Rio de Janeiro, Brasil.

<sup>5</sup> Engenheiro Metalúrgico, Doutor em Engenharia e Ciência dos Materiais, Professor Titular, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, Brasil.

## 1 INTRODUÇÃO

O desenvolvimento das técnicas de processamento dos materiais compósitos tornaram-nos materiais de grande importância para diferentes aplicações industriais. Os compósitos aparecem como uma alternativa promissora para as indústrias automobilística, aeroespacial e de manufaturados, uma vez que, estes materiais permitem associar propriedades consideradas distintas e de difícil correlação. Incluídos nesta realidade estão os compósitos a base de  $TiB_2$  e  $AlN$ , que apresentam propriedades importantes para aplicações termomecânicas [1,2].

Estes materiais devem associar propriedades antagônicas, como, elevada dureza a quente e uma tenacidade à fratura satisfatória. Propriedades que são, por exemplo, de grande importância para o sucesso de compósitos cerâmicos destinados a aplicações severas.

A associação destas duas propriedades sempre foi uma meta no que se refere às aplicações tribológicas. E as tentativas a partir de técnicas de sinterização convencionais resultam em crescimento indesejado de grãos. Todavia, uma alternativa é a sinterização por plasma pulsado, Spark Plasma Sintering - SPS. Esse processo permite a utilização de temperaturas mais baixas e tempos menores, produzindo alta densificação com pequeno crescimento de grãos [3,4]. A partir desta técnica, foi possível obter pastilhas que combinam de forma desejada as propriedades de dureza e tenacidade à fratura.

Sabe-se que as propriedades mecânicas de todo material estão vinculadas a sua microestrutura [5]. Portanto, a realização do ensaio de dureza Vickers e a determinação da tenacidade à fratura pelo método de indentação exigem uma superfície devidamente preparada. A integridade da superfície a ser ensaiada possibilita a visualização nítida da indentação provocada pelo penetrador Vickers e o registro das trincas propagadas nos vértices da indentação.

Após diversas análises e ensaios observou-se que as amostras após o processo de sinterização apresentam superfície com rugosidade que comprometem a determinação das propriedades já citadas. Assim sendo, fez-se necessário a adaptação de técnicas metalográficas para reduzir as irregularidades superficiais. Garantindo, dessa forma, ensaios confiáveis a partir de superfícies rigorosamente preparadas.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras obtidas pela técnica de sinterização por plasma pulsado foram inicialmente cortadas transversalmente utilizando cortadora metalográfica e disco diamantado de precisão [6]. Análise de rugosidade realizada com microscópio confocal na superfície cortada demonstrou que o corte produziu uma superfície com rugosidade equivalente à lixa de 1200 mesh.

Após a etapa de corte as amostras foram embutidas à quente com resina baquelite e passaram por uma sequência de lixamento. Foram utilizadas lixas d'água com granulometria de 100, 200, 320, 400, 600 e 1200 mesh. Totalizando 20 minutos de um procedimento que teve como objetivo, remover o histórico de corte e embutimento.

Após a etapa de lixamento as amostras foram polidas com pastas diamantadas de  $9\mu$ ,  $6\mu$ ,  $3\mu$ ,  $1\mu$  e  $1/4\mu$ . O polimento em cada granulometria teve duração média de 45 minutos. A evolução desta etapa foi registrada utilizando microscópio metalográfico Neophot-32'.

Em sequência, as amostras foram submetidas ao ensaio de dureza Vickers respeitando norma ASTM 092 que normatiza este procedimento.

Como consequência do método de indentação acima citado, foram realizados ensaios de tenacidade à fratura dos compósitos. Este método determina K1c utilizando o comprimento das trincas geradas nos vértices da indentação, bem como o valor da carga aplicada durante a penetração do indentador. [7,8].

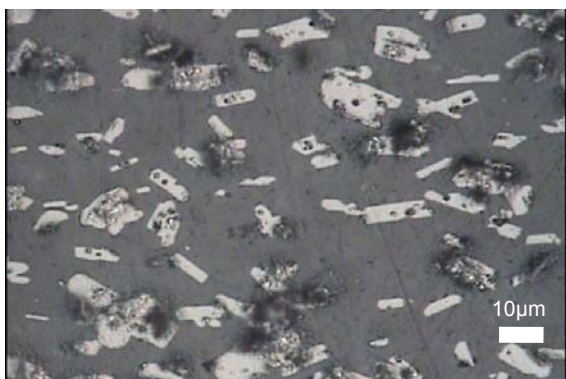
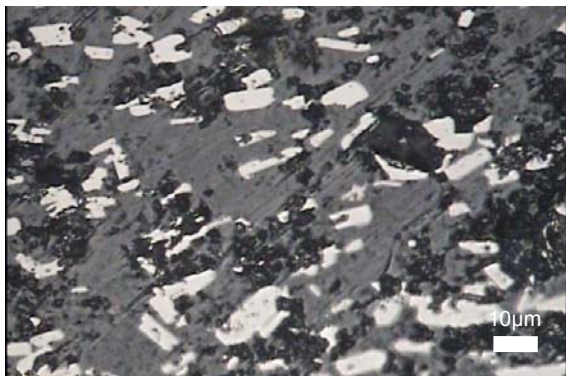
Uma vez que, no microscópio Confocal todas as estruturas fora de foco são eliminadas, deixando a imagem com melhor definição e profundidade de campo em relação à microscopia óptica convencional, esta técnica foi a selecionada para a medição das trincas empregadas durante o cálculo de Tenacidade à Fratura, acima referido, bem como para a avaliação da eficiência do método utilizado para preparação superficial. Paralelamente, a Microscopia Eletrônica de Varredura foi uma ferramenta importante para análise microestrutural dos compósitos.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme mencionado anteriormente, amostras foram sinterizadas pela técnica de sinterização por plasma pulsado (SPS) e submetidas a um procedimento metalográfico para preparação da superfície a ser ensaiada. A **figura 1** mostra o registro por microscopia óptica das etapas de preparação metalográfica de uma das amostras sinterizadas. Observa-se na figura **a** que a superfície da amostra após o corte apresenta grande irregularidade superficial e difícil visualização da matriz e fase dispersa. Já a figura **f** mostra a imagem superficial do compósito após as etapas de preparação, uma superfície que possibilita a verificação dos constituintes do compósito de forma nítida e com menor irregularidade superficial.

(a)

(b)

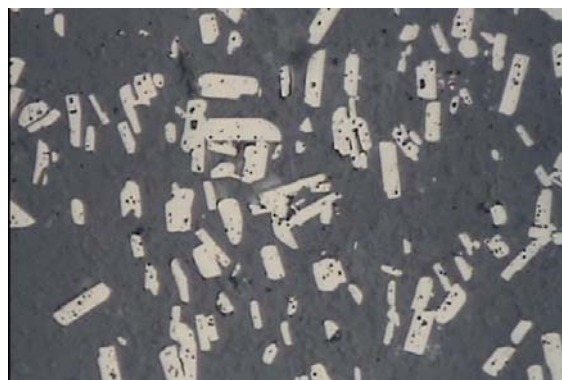


(c)

(d)



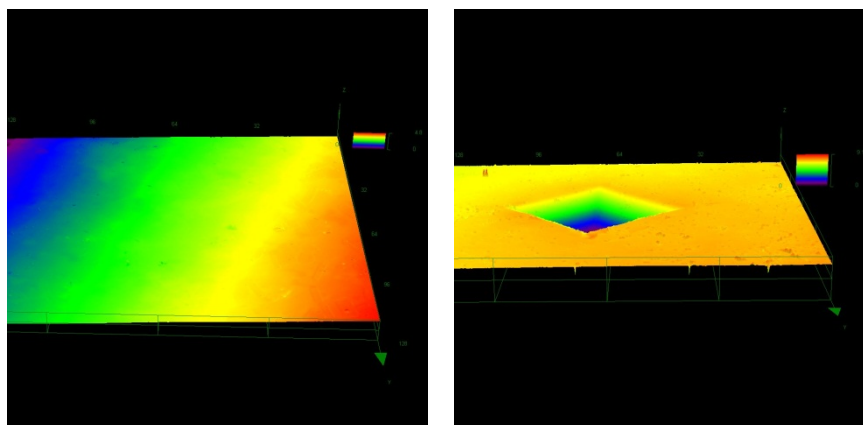
(e)



(f)

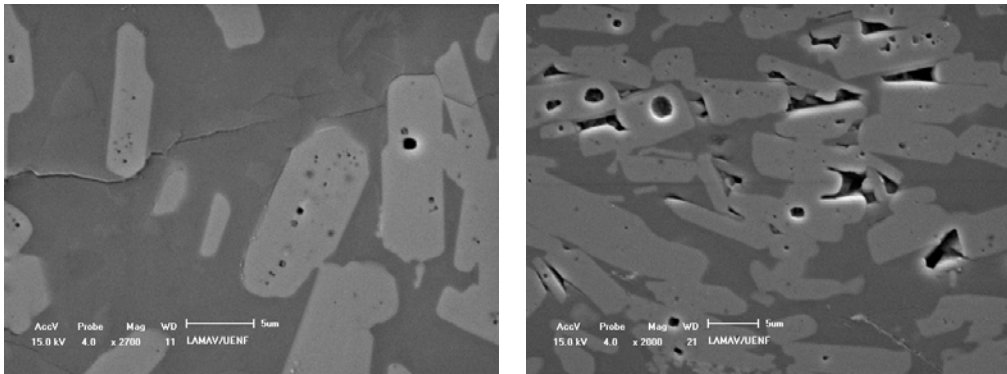
**Figura 1:** Preparação por rota metalográfica da amostra 19AlN, onde: (a) após lixamento; (b) polimento 9µm; (c) 6µm; (d) 3µm; (e) 1µm; (f) 0,25µm. Microscópio Metalográfico Neophot-32' 500x.

Os benefícios da preparação metalográfica utilizada neste trabalho são visíveis na **figura 2**, onde é possível observar tanto a superfície plana, quanto a indentação, completamente definida, gerada por ensaio de dureza Vickers e utilizada posteriormente para determinação da tenacidade à fratura.



**Figura 2:** (a) Relevo superficial de uma das amostras após preparação por rota metalográfica (b) Indentação proveniente do ensaio de dureza.

A rota utilizada para preparação das amostras também possibilitou a análise da porosidade presente nos compósitos sinterizados. Através de microscopia eletrônica de varredura foi possível observar poros esféricos isolados no interior dos grãos (**Figura 3a**). Também foram observados poros alongados e pontiagudos no interior dos grãos e nas regiões de interface (**Figura 3b**). Poros alongados e pontiagudos são prejudiciais se tratando de compósitos cerâmicos e poros esféricos são indicativo da eficiência do processo de sinterização. A morfologia dos poros encontrados nas amostras está diretamente relacionada com o processo de sinterização e será analisada futuramente.



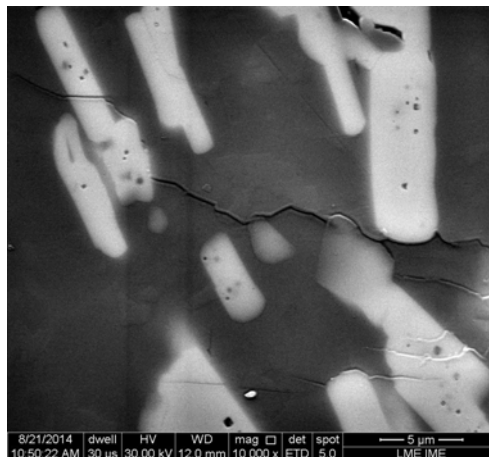
(a)

(b)

**Figura 3.** Morfologia de porosidade para amostras sinterizadas a 1900°C, onde: (a) 70% AlN (19AlN); (b) 70% TiB<sub>2</sub> (19TiB<sub>2</sub>). Microscopia Eletrônica de Varredura com aumento de 2000x.

A revelação dos constituintes deste compósito, por intermédio da rota de preparação superficial, também possibilitou a análise dos mecanismos de propagação das trincas ao longo do material. Basicamente dois mecanismos de tenacificação foram registrados durante a investigação microestrutural dos sinterizados: a propagação intergranular e a deflexão de trincas [9,10].

A **figura 4** mostra superfícies de fratura irregulares (mudança sistemática da direção de propagação da trinca) que são indícios da ocorrência de mecanismos de tenacificação por deflexão de trinca.



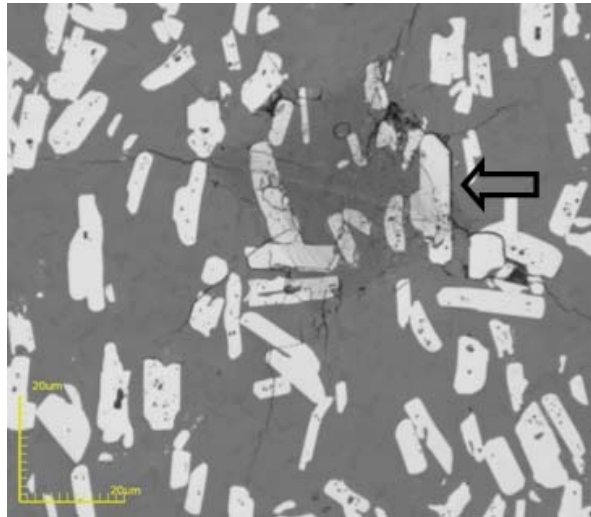
**Figura 4.** Deflexão de trinca na amostra sinterizada com 70% de TiB<sub>2</sub>, 1900°C (19TiB<sub>2</sub>). Microscópio Eletrônico de Varredura com aumento de 2000x.

Este fenômeno faz com que a tensão aplicada deixe de ser normal à superfície da trinca, reduzindo as tensões na frente de propagação, e consequentemente, provocando aumento da energia necessária para que a trinca alcance tamanho crítico e se torne catastrófica.

A **figura 5** apresenta propagação intergranular de trinca em uma das amostras sinterizadas. A possível razão por este comportamento é a incompatibilidade dos coeficientes de expansão térmica entre o TiB<sub>2</sub> (7,4 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>) e AlN (4,4 x 10<sup>-6</sup> K<sup>-1</sup>). Esta diferença de coeficientes gera maior contração do TiB<sub>2</sub> durante o arrefecimento a partir da temperatura de sinterização, e consequentemente, interface fraca entre os dois elementos (fase dispersa e matriz).

Por outro lado, um acúmulo excessivo de tensões residuais na matriz de AlN devido

à incompatibilidade térmica gera elevada resistência a propagação de trincas na região da matriz [11]. As duas consequências citadas favorecem a propagação intergranular de trincas que aumenta consideravelmente a tenacidade das amostras. Fatores apenas observados devido a notória eficiência na preparação da superfície das amostras antes de submetê-las aos ensaios já mencionados.



**Figura 5.** Propagação de trinca intergranular em amostra sinterizada a 1900°C com 70% de TiB<sub>2</sub> (19TiB<sub>2</sub>). Microscopia Confocal com aumento de 2136x.

#### 4 CONCLUSÃO

Constatou-se que a técnica metalográfica estudada foi eficaz e possibilitou a caracterização microestrutural das amostras em questão, uma vez que, pôde-se observar com clareza uma estrutura de matriz de nitreto de alumínio e plaquetas dispersas de diboreto de titânio. A preparação das amostras possibilitou identificações completamente definidas para realização de ensaio de dureza. Além disto, a partir dos vértices da indentação realizada foi possível visualizar a propagação das trincas, fator fundamental para a determinação da tenacidade à fratura com confiabilidade. Os resultados dos ensaios citados e outras análises realizadas neste compósito serão apresentados futuramente.

#### Agradecimentos

Os autores agradecem os órgãos de fomento Cnpq e Faperj pelo financiamento desta pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

- 1 Callister W. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. LTC. 2000; 5: 359.
- 2 Shingley EJ, Mischke RC, Budynas GR. Projeto de Engenharia Mecânica. Bookman. 2005; 7:110.
- 3 Groza JR, Garcia M, Schneider JA. Surface effects in field-assisted sintering. Journal of Materials Research. 2001; 286–292.
- 4 Munir ZA, Anselmi-Tamburini U, Ohyanagi M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma method. Journal of Materials Science. 2006; 41: 763–777.

- 5 Matlakhov AN. Caracterização dos materiais I. Apostila de Caracterização do Materiais I. 2010.
- 6 Dias AMS, Miranda JS, Godoy GC. Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro. Revista Matéria. 2009;14(2):869-877.
- 7 Niihara K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced palmqvist crack in ceramics. Journal of the Materials Science Letters. 1983; 5(2): 221-223.
- 8 Dias AMS. Análise numérica do processo de fratura no ensaio de indentação vickers em uma Liga de WC-Co. Tese de D.Sc, PGEMM/UFMG, Brasil. 2004
- 9 Barsoum MW. Fundamentals of Ceramics. McGraw - Hill International, New York. 1997: 331-390.
- 10 Kruzic JJ, Satet RL, Hoffmann MJ, Cannon RM, Ritchie RO. The utility of R-curves for understanding fracture toughness-strength relations in bridging ceramics. Journal of the American Ceramic Society. 2008; 9(6):1986-1994.
- 11 Zhang XY, Tan SH, Jiang DL. AlN-TiB<sub>2</sub> composites fabricated by spark plasma sintering. Ceramics International. 2005;31:267-270.