CARACTERIZAÇÃO DAS ZONAS PLÁSTICAS NA PONTA DA TRINCA. OBSERVAÇÕES NO SILÍCIO MONOCRISTALINO

*Maria Ângela Loyola de Oliveira ¹ **Cherlio Scandian ²

Resumo

O problema da propagação de trincas está ligado à característica de tenacidade do material. Esta tenacidade é avaliada pelo fator de intensidade de tensões crítico Kc, que descreve, para um determinado modo de abertura (I, II ou III), o campo de tensões em torno de uma trinca.

Observa-se experimentalmente que, solicitados, os materiais geralmente apresentam uma zona plástica na ponta da trinca, acarretando uma diminuição do fator de intensidade de tensões. Nesta, forma-se uma concentração de discordâncias que pode ocasionar dois efeitos :

- Diminuição da acuidade da trinca ("blunting").
- Interação dos campos de tensões trinca discordâncias, alterando o fator de intensidade de tensões efetivo, K_{ef}.

 K_{ef} é expresso pela soma do fator de intensidade de tensões devido ao carregamento externo, K_a , e do fator de intensidade de tensões devido à presença das discordâncias, K_d . Quando K_d é negativo, o fator K_{ef} diminui e há proteção da trinca ("shielding"). Quando K_d é positivo, K_{ef} aumenta e a trinca é mais suscetível de propagar-se. Diz-se haver anti - proteção ("anti shielding").

Para quantificar o valor de K_d , é necessária uma análise da zona plástica no que concerne o seu tamanho, forma, número de discordâncias, planos de deslizamento e vetores de Burgers. Neste trabalho, a caracterização de zonas plásticas é feita através da observação "in situ" (sincroton), da emissão e crescimento das mesmas, utilizando-se topografia em raios-X. O material utilizado para tanto foi o silício monocristalino.

Constata-se, pelas observações topográficas realizadas neste trabalho, que as zonas plásticas são formadas por anéis de discordâncias que deslizam em planos que interceptam a aresta da trinca, o que aponta para a necessidade de elaboração de modelos tridimensionais para o cálculo de K_d .

Conclui-se que as discordâncias da zona plástica no caso do silício não causam "blunting", tendo em vista que estão impedidas de emergir à ponta da trinca sendo, portanto, o "shielding" o único efeito a ser quantificado neste caso.

I Seminário de Mecânica da Fratura

¹ Doutor em Ciência dos Materiais, Professor Adjunto no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

² Mestre em Ciência dos Materiais, Professor no Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal do Espírito Santo.

Palavras - Chave : zona plástica, trinca, discordância.

1 - Introdução

A transição dúctil - frágil dos materiais está relacionada com a sua capacidade de formar uma zona plástica na ponta de uma trinca, quando solicitados por esforços externos, principalmente a altas temperaturas. A análise desta zona plástica, no que se refere a pontos de emissão de discordâncias, vetor de Burgers e plano de deslizamentos das mesmas é fundamental para a compreensão dos mecanismos desta transição, compondo o objetivo maior deste trabalho.

Em geral, é dificil separar a fratura da deformação plástica, pois os dois ocorrem simultaneamente para a maioria dos materiais, salvo para alguns materiais covalentes. O silício, por exemplo, apresenta uma mobilidade de discordâncias praticamente nula à temperatura ambiente, podendo ser considerado perfeitamente frágil a esta temperatura. Além disto, ele se cliva segundo planos bem definidos {111} ou {110}, permitindo a introdução de uma trinca de acuidade atômica, e uma caracterização perfeita do plano de fissura.

Observa-se também, no silício, que a mobilidade de discordâncias cresce com a temperatura, de formas que, em velocidades de deformações pequenas, se pode detectar uma atividade plástica a temperaturas acima de 600°C, tornando-se considerável a 800°C, valores aceitáveis experimentalmente, permitindo o acompanhamento deste crescimento "in situ".

Um outro aspecto a considerar é que uma caracterização apropriada da interação discordância - trinca exige o emprego de materiais nos quais se possa evitar a influência de outros elementos microestruturais como impurezas, precipitados e contornos de grão. O silício monocristalino obtido pelo processo de zona flotante , utilizado neste trabalho, é particularmente bem adaptado, pois apresenta-se sem discordâncias e menos que 10⁻⁷ impurezas por átomo. Além do mais, sabe-se que as análises micromecânicas, baseadas na observação de zonas plásticas de amostras maciças, são mais confiáveis do que as realizadas em lâminas finas para microscopia eletrônica de transmissão.

As primeiras experiências significativas sobre a interação discordância - trinca foram efetuadas por St John (1975) com o estudo da transição dúctil- frágil em monocristais de silício não dopados. Em seus trabalhos, foi inicialmente determinada a tenacidade do material K_{IC} , à temperatura ambiente e depois mostrou-se que, para uma velocidade de deformação constante, existia uma temperatura crítica, abaixo da qual se observa uma fratura por clivagem sob uma carga de $\sim K_{IC}$, e acima da qual observa-se uma deformação plástica generalizada.

Este trabalho foi retomado em Nancy (FR-1976) [1-6] e Goettingen (Al-1987) [7], utilizando-se as mesmas técnicas de preparação de amostras, com objetivo respectivamente de caracterizar a zona plástica e relacionar a queda de tenacidade com estas características e de verificar se a temperatura de transição é realmente governada pela mobilidade de discordâncias no caso do silício dopado.

Experiências semelhantes são desenvolvidas em Oxford (UK -1989) [9-11], em amostras de silício solicitadas em flexão a quatro pontos onde, ao mesmo tempo que a trinca, são criadas fontes de discordância através da indentação de marcas próximas a ponta da mesma. Concluiu-se até agora que a presença de tais fontes conduz a diminuição drástica da temperatura de transição.

Dentre os três grupos, o grupo de Nancy é o que apresenta o maior número de informações sobre a emissão e evolução da zona plástica a partir da ponta da trinca, tendo por base o grande número de observações realizadas em topografia de RX e microscopia eletrônica de varredura. Atualmente esta equipe conclui trabalhos de modelização matemática tridimensional da zona plástica a fim de, através de comparação deste modelo e observações experimentais, quantificar a variação da tenacidade

2-Procedimentos experimentais

2.1 - Origem do material

O silício utilizado neste trabalho foi adquirido na Cia WACKER na forma de placas elípticas de espessura entre 600 et 800 μ m, obtidas pela técnica de zona flotante contendo uma pequena dopagem (~ 10¹⁵ átomos de fósforo por cm³).

2.2 - Preparação das Amostras

Foram usadas amostras DCB padronizadas conforme figura 1. A sua preparação passa pelas seguintes etapas :

- Orientação das placas na câmara de Lang para localizar o plano de base do trapézio
- Corte das bases do trapézio através de uma serra contínua de fio
- Usinagem simultânea dos furos e da trinca por eletroerosão
- Corte das laterais do trapézio, pelo mesmo processo das bases e utilizando a trinca com referência fixa para garantir a simetria
- Polimento mecânico com carburundum e depois com pasta de diamante
- Polimento químico num reativo composto de 50% de CH₃COOH (em volume) 32,5% de HNO₃ fumante e 17,5% HF, durante 3 minutos à 20°C.

A espessura final das amostras é compreendida entre 500 et 700 µm.



Fig. 1 - Amostras DCB .

2.3 - Orientação Cristalográfica das Amostras

Define-se o triedro de referência, ligado à amostra, pelo plano de clivagem (normal \vec{y}), a direção de propagação da trinca (\vec{x}) e a normal à grande face das amostras, paralelas à direção da aresta da trinca (\vec{z}) (figura 2).



Fig. 2 - Triedro de referência associado à amostra

Foram utilisadas três orientações diferentes:

- orientação α - plano de clivagem ($\overline{111}$), normal [$\overline{112}$], série K.

- orientação β - plano de clivagem ($\overline{1}\overline{1}\overline{1}$), normal [$0\overline{1}1$], série E.

- orientação y - plano de clivagem (110), normal [001], série G.

As figuras 3, 4 e 5 dão as projeções estereográficas e a posição do tetraedro de Thompson com relação `a trinca para cada orientação.



Fig. 4 - Projeção estereográfica - Orientação β - série E.



Fig. 5 - Projeção estereográfica - Orientação y - série G.

2.4 - Técnicas de fissuração

Para aumentar a concentração de tensões no fundo da trinca e, desta forma, iniciar uma trinca de clivagem sob um atensão nominal baixa, é feito um risco no fundo da trinca com um diamante triangular. A fissuração se faz em uma máquina de tração Instrom pela introdução de uma cunha dentro da trinca. A aplicação de forças laterais de compressão (figura 6) evita a ruptura total da amostra. A carga aplicada é registrada e cai bruscamente quando o material é fissurado. Imediatamente após, o movimento da barra acionadora é invertido. Definiu-se um comprimento de fissura entre 3 e 8 mm e ajustou-se a força lateral para tal faixa de comprimento.

A qualidade da fissura obtida e sua geometria são controladas por topografia de raios-X.



Fig. 6 - Dispositivo de fissuração : (A) cunha de alumínio, (B) amostra, (C) apoios laterais, (D) clave para manter os apoios, (E) molas, (F) parafusos de fixação lateral.

2.5 - Ensaios a alta temperatura

No carregamento a alta temperatura, a carga é aplicada através de pinos introduzidos nos furos de fixação. O fator de intensidade de tensões K_1 é relacionado à carga aplicada P e às dimensões da amostra através :

$$K_1 = \left(B \frac{P}{\sqrt{w}} \right) f\left(\frac{a}{w}\right)$$

onde B é a espessura da amostra, w a altura e a o comprimento da trinca conforme figura 7. A função de calibração f (a/w) foi determinada por Srawley et Gross (1967) [11] para este tipo de geometria.



Fig 7 - Curva de calibração de Srawley et Gross, amostra DCB

Um microdispositivo de tração foi desenvolvido para aplicar um esforço numa temperatura de até 900°C, em atmosfera controlada, a fim de gerar a zona plástica. Neste dispositivo (figura 8.a), a amostra é colocada num compartimento no qual o aquecimento é assegurado por resistores de grafite, cujo desenho foi estudado para garantir uma boa uniformidade de temperatura na zona útil da amostra (região da fissura). Neste compartimento se injeta um gas neutro (He ou AR) e o feixe de raios X atravessa a janela de Kapton que assegura uma estanqueidade suficiente para evitar a oxidação tanto da amostra como dos resistores.

Aaplicação da carga é feita eletromagnéticamente segundo o esquema da figura 8-b. As amostras foram em geral carregadas até o limite de 0.6 a 0.9 K_{IC} e, a partir do carregamento, espera-se a nucleação das discordâncias. Em alguns casos nos quais esta nucleação não ocorreu, procedeu-se a uma ciclagem termomecânica, sendo que após dois ou três ciclos de carregamento ou de temperatura obteve-se a nucleação.



Fig 8 - a) Microdispositivo de tração: (A) resistor em grafite, (B) amostra, (C) janela de Kapton, (D) tracionadores, (E) chegada de gas, (F) alimentação, (G) dispositivo de alinhamento, (H) acoplamento, (I) termopar, (J) dispositivo de acoplamento do motor para aplicação da carga.





2.6 - Caracterização das fissuras e das zonas plásticas por topografia de RX

2.6.1 - Método de Lang convencional

Um feixe de raios X monocromático, colimado por uma fenda, incide no monocristal colocado em posição de Brag para uma famíla de planos refletores. O feixe difratado impressiona uma placa fotográfica que se desloca ao mesmo tempo que o cristal a fim de topografar uma determinada largura da amostra, pré estabelecida de acordo com a previsão do tamanho da zona plástica. Os topogramas obtidos são registrados sobre placas nucleares llford L4 - 25 ou 100 μm.

Este método de topografia em transmissão revela as discordâncias : o campo de deformações que lhes é associado, modifica localmente o poder difratante gerando o contraste observado nos topogramas.

A montagem do laboratório utilisa a faixa K $\alpha_1\gamma$ do molibdênio ($\lambda \cong 0,709$ Å). A potència do tubo é de 1100 W (corrente de 20 mA a 55 kV), o que conduz a tempos de pose 2 a 4 horas para cada 3mm de translação.

2.6.2 - Utilisação do Sincrotron

O feixe sincrotron difere do tubo convencional de RX pela sua geometria, spectro e principalmente pela sua intensidade que permite reduzir o tempo de pose de algumas horas a alguns segundos. O feixe também apresenta uma seção maior de cobertura de formas que pode-se eliminar a translação da amostra e placa. O esquema é apresentado na figura 9.

Para obter um topograma como no método de Lang convencional, é necessário ajustar bem a amostra em posição de Brag e, a cada vez que a carga c/ou temperatura variam, esta regulagem deve ser refeita através de uma pilotagem por computador que re-determina o novo angulo posição a cada variação das condições iniciais.

Durante as observações "in situ", a imagem é seguida em uma tela de vídeo, permitindo a observação da nucleção e crescimento da zona plástica.



Fig. 9 -Esquema do dispositivo do sincrotron: (B) feixe branco, (M) monocromador, (F) forno, (E) amostra, (P) placa nuclear.

2.7 - Ruptura e observações micrográficas da superfície de fratura

Procede-se a caracterização das zonas plásticas através da observação dos topogramas em microscópio ótico, analisando-se o tamanho, geometria, planos de deslizamento e vetores de Burgers das discordâncias. Esta tarefa é facilitada pela obtenção anterior das várias projeções dos sistemas possíveis (planos e vetores de Burgers) no sistema de referência característico do monocristal. Estas projeções são obtidas através de um programa auxiliar que desenha cada projeção para cada sistema em questão e cada vetor de difração. Este sistema permite definir, por exemplo, quando o vetor de Burgers é perpendicular ao vetor de difração, já que, neste caso ocorre a extinção das discordâncias ($\vec{g}.\vec{b} = 0$).

Após caracterizadas as zonas plásticas, as amostras são rompidas à temperatura ambiente na máquina de tração com o objetivo de relacionar as características das zonas plásticas aos valores da tenacidade após plastificação. Em seguida, elas são limpas no tricloroetileno fervente e posteriormente atacadas no reativo de Sirtl (1 volume de uma solução de 50 g $CrO_3 + 100$ ml H_2O e dois volumes de HF), para fazer realçar os pontos de emergência das discordâncias. A observação destas superfícies de fratura assim atacadas permite complementar as informações sobre a zona plástica.

3 - Resultados

Neste trabalho foram observadas as zonas plásticas em três orientações diferentes. Os resultados para todas as três comprovam que existem alguns sistemas preponderantes e outros não são jamais observados. Tal fato é evidenciado pelas figuras 10, 11 e 12 que apresentam topogramas com diferentes vetores de difração \vec{g} e montagens da superfície de fratura observadas em MEV, respectivamente para as séries K, E e G.

Constata-se pela observação das superficies de fratura, que a série G, que se cliva segundo o plano {110}, apresenta superficies de melhor qualidade, ou seja, com menor ocorrência de acidentes e defeitos. No entanto, estas amostras apresentam uma maior susceptibilidade de sofrer desvios durante a propagação conforme mostrado na figura 13.



Fig. 10- a) Topograma da amostra KA2 com vetor de difração $\vec{g} = (\bar{2}20)$ mostrando fortes contrastes elásticos (40X) b) Montagem em MEV da aresta da trinca onde podem ser vistos os pontos de emissão das linhas de discordâncias a partir da mesma. Cada linha caracteriza o traço do plano das discordâncias no plano de fissura. (1100X)



Fig.11 - a) Topograma da amostra EA12 com vetor de difração $\vec{g} = (202)$ b) $\vec{g} = (\overline{1}11)$, mostrando extinção completa das discordâncias pertencentes a um mesmo sistema. c) trecho da aresta da trinca em MEV apresentando a linha de discordâncias.



Fig. 12 - a) Topograma da amostra GA33 com $\vec{g} = (\overline{1} \ \overline{1} \ 1)$ antes da plastificação (40x), b) Depois da plastificação com $\vec{g} = (1 \ \overline{1} \ 1)$ (40X), c) Visão em MEV da aresta da trinca (290X) d) ampliação de uma das fontes na aresta da trinca (2200X).



Fig. 13 - a) Iopograma da amostra GA40 com uma lissura desviada, antes da plastificação $\vec{g} = (\overline{1} \ \overline{1} \ 1)$ b) Depois da plastificação $\vec{g} = (\overline{1} \ 11)$, (40X), c) Figura de MEV com a aresta da trinca em 1900 X, observa-se os planos preferenciais com traço perpendicular à aresta da trinca. d) Ampliações em 2500X mostrando aspectos diferentes da emergência das discordâncias.

A tabela 4 reúne o conjunto de resultados obtidos para as três orientações. Ela se raporta ao histórico do ensaio `a alta temperatura citando a temperatura, relação entre carga aplicada e carga crítica (K_a^{max}/K_{ic}), tempo à alta carga e alta temperatura THTC, tempo total de ensaio TT, número de ciclos mecânicos (CM), número de ciclos térmicos (CT), número de discordâncias e de fontes e finalmente o aumento de tenacidade obtido pela plastificação ($\Delta K/K_{lc}$). Os valores não citados deste parâmetro deve-se ao fato de que não foi possível o registro de ΔK .

Amostras	Temp. °C	Ka ^{max} /KIC	THTC-TT (min.)	Condições de carregamento	N° dislos/ N° fontes	ΔΚ/ΚΙΟ
KA2	750	0,7	1 - 12	1 CM-1 CT	260/10	0,15
KA3	750	0,7	0,5 - 8	1 CM- 1CT	45/2	0,16
EAI	750	0,7	1 - 30	2 CM	>350/19	-
EA4	750	0,8	1 - 20	2 CM	130/15	0,38
EA6	750	0,8	1 - 20	2 CM	26/2	-
EA7	750	0,7	1 - 100	3 CM-2 CT	21/?	
EA9	750	0,7	1 - 20	2 CM	18/2	0,15
EA10	750	0,7	6 - 50	3 CM-2 CT	>70/2	0,07
EA12	750	0,7	2 - 70	3 CM	12/1	-
EA13	750	0,7	4 - 70	4 CM-3 CT	34/1	0,15
GA13	800	0,6	65 - 90	2 CM-2 CT	55/1?	0,51
GA21	800	0,9	13 - 140	2 CM-2 CT	>400/*	-
GA30	750	0,9	8 - 110	6 CM-6 CT	~100/7	1.00
GA32	750	0,8	1,5 - 40	2 CM	>500/*	0,35
GA33	750	0,8	1,5 - 30	2 CM	~370/9	0,37
GA36	750	0,8	1 - 60	2 CT	90/3	-
GÁ38	750	0,8	2 - 40	3 CM	55/4	-
GA39	670	0,8	5 - 30	3 CM-2 CT	~120/1	0,37
GA40	750	0,8	1,5 - 90	4 CM-2 CT	~140/4	0,44
GA41	750	0,8	1 - 20	2 CM	21/3	-
GA43	750	0,7	11 - 70	4 CM-2 CT	>500/10	0,45
GA47	800	0,6	1 - 50	1 CM-1 CT	95/2	-

Tabela 4

5 - Conclusões

As técnicas experimentais utilizadas neste trabalho permitem determinar os pontos de emissão de discordâncias concluindo-se que as fontes estão situadas preferencialmente sobre a aresta da trinca (figs 10, 11,12 e 13), e sobre as "marcas de rio"da superficie clivada como mostrado na figura 14. Pode -se também observar pontos de emissão a partir de defeitos na superficie, como no exemplo da figura 15 e mais raramente a partir de defeitos volumétricos. A série G, cujo plano de clivagem {110} é diferente dos demais, apresenta uma superfície quase isenta de defeitos, o que dificulta a nucleação da zona plástica, sendo que esta só pôde ser obtida depois de alguns ciclos termomecânicos e maior tempo à alta temperatura conforme evidenciado na tabela 1.

A maior tenacidade adquirida pelas amostras da série G não resulta das características das discordâncias nem do tamanho da zona plástica, atribuindo-se o fato à grande permanência destas amostras sob carga `a alta temperatura, que deve ter provocado o embotamento da trinca por difusão atômica.

Em qualquer caso observado as zonas plásticas são formadas de anéis poligonais de discordâncias que deslizam em planos que, em geral, não contém a aresta da trinca. Comprova-se, portanto a limitação dos modelos uni e bi dimensionais [12-13]que supõem zonas plásticas formadas de discordâncias retilíneas, infinitas, paralelas `a aresta da trinca e pertencentes a planos que a contenha. Tal diferença, representada pelo esquema da figura 16 aponta para a necessidade de modelos tridimensionais para a análise da interação discordância - trinca.

Finalmente, comprova-se no caso estudado, a pouca importância do embotamento da trinca ("blunting"), devido a emergência de discordâncias, já que estas, não estando contidas no plano da aresta da trinca, estão impedidas emergir.



Fig. 14 - Observação por MEV de pontos de emergência de discordâncias ao Ingo das "marcas de rio"na superficie de clivagem. (1000X).



Fig. 15 - Topografia mostrando uma fonte de discordâncias num defeito introduzido nas bordas da amostra durante a usinagem (40X).



Fig. 16 - a) Esquema de modelo bidimensional de discordâncias b) Esquema observado no presente estudo.

6 - Bibliografia

1) Kirchner H. O. K., Michot G., Mat. Science Eng. 79, 169 (1986).

2) Michot G., Fundamentals of Silicon Fracture - Overview, Crystal Properties and Preparation, Trans. Tech. Publi. 17/18, pp. 55-98, (1988).

3) Michot G., George A., Inst. Phys. Conf. Series, 104, p. 385, (1989).

4) Michot G., Kirchner H. O. K., Materials Science and Eng., A176, pp.177-179 (1994).

5) Michot G., M. A. Loyola de Oliveira, A. George, "Dislocation loops at crack tips : control and analysis of sources in Silicon." Materials Science Engeeneering A176, p 99-109. (1994).

6) Oliveira M. A. L, G. Michot, "Analysis of Crack Dislocation Interaction : crack closure, crack opening" Materials Science Engeeneering A 176, p139-145. (1994).

7) Pichl W., Schoeck G., Scripta Met. 24, Nº 1, 13 (1990) ...

8) Srawley J. E., Gross B., NASA T.N.D. - 3820, P.12, (1967).

9) Hirsch P. B. and Roberts S. G. and Samuels J., Dislocation Mobility and Crack Tip Plasticity at the Ductile - Brittle Transition, Revue Phys. Appl. 23, pp. 409-418 (1988).

10) Hirsch P. B. and Roberts S. G. and Samuels J., The Brittle - Ductile Transition in Silicon. II. Interpretation, Proc. R. Lond., A 421, pp. 25-53 (1989).

11) Hirsch P. B. and Roberts S. G., , *The Britle - Ductile Transition in Silicon*, Phil. Mag. A, Vol. 64, N°1, pp. 55-80 (1993).

12) Bilby B.A., Cottrell A.H., F.R.S. and K.H. Swinden, Proc. Royal Soc. London, 272, 304 (1963).

13) Bilby B.A., Eshelby J.D., Fracture V1(H. Liebowitz ed.), Academic Press, p. 99 (1969).

CHARACTERIZATION OF THE PLASTICS ZONES IN THE CRACK TIPS. OBSERVATIONS IN SINGLE CRYSTAL OF SILICON.

Abstract

The decrease in the stress intensity factor, spected from dislocation emission at a crack tip, can be achieved either through a change in the crack tip radius (blunting) or through a crack closure induced by the dislocation (shielding), opposite to the opening imposed by the external stress field.

The effective stress intensity factor K_{eff} is the sum of the stress intensity factor due to the external foces K_a and the stress intensity factor due to the dislocations K_d .

In this paper, is related the influence of K_d on the K_{eff} value, analising the occurrence of shielding trough the characterization of plastics zones in silicon single-crystal using X-ray topography.

It was verified that the plastics zones are formed by dislocations loops which slip planes intercepting the edge of the crack . Such geometric situation indicates the necessity a three-dimensional modelling for K_d .

We also verified that the dislocations of the plastic zone, in the case of silicon, do not cause the blunting, because they cannot emerge at the crack tip, being the shielding the only effect to be quantified in this case.

