UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS - EESC

ARTHUR ALVES FIOCCHI

**Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas:
Lapidorretificação U_d de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina
estabilizada com ítria**

São Carlos

2014

ARTHUR ALVES FIOCCHI

**Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas:
Lapidorretificação U_d de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina
estabilizada com ítria**

Tese apresentada à Escola de Engenharia
de São Carlos da Universidade de São
Paulo para obtenção do título de Doutor
em Engenharia Mecânica.

Área de Concentração: Projeto Mecânico

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto
Fortulan.

São Carlos
2014

ESTE EXEMPLAR TRATA-SE DA
VERSÃO CORRIGIDA.
A VERSÃO ORIGINAL
ENCONTRA-SE DISPONÍVEL
JUNTO AO DEPARTAMENTO DE
ENGENHARIA MECÂNICA DA
EESC-USP.

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTA TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

A517c Alves Fiocchi, Arthur
Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: Lapidoretificação Ud de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria / Arthur Alves Fiocchi; orientador Carlos Alberto Fortulan. São Carlos, 2014.

Tese (Doutorado) - Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica e Área de Concentração em Projeto Mecânico -- Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, 2014.

1. Manufatura de cerâmica avançada. 2. Projeto mecânico. 3. Caracterização cerâmica. 4. Retificação de ultraprecisão. 5. Lapidoretificação Ud. 6. Acabamento nanométrico. 7. Nanotecnologia. I. Título.

FIOCCHI, A.A., Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: Lapidorreificação U_d de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria. Tese apresentada à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutor em Engenharia Mecânica.

FOLHA DE JULGAMENTO

Candidato: Engenheiro **ARTHUR ALVES FIOCCHI**.

Título da tese: "Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: Lapidorreificação U_d de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria".

Data da defesa: 12/09/2014

Comissão Julgadora:

Prof. Associado **Carlos Alberto Fortulan**
(Orientador)
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Prof. Associado **Renato Goulart Jasinevicius**
(Escola de Engenharia de São Carlos/EESC)

Profa. Dra. **Dulcina Maria Pinatti Ferreira de Souza**
(Universidade Federal de São Carlos/UFSCar)

Prof. Dr. **Luiz Eduardo de Angelo Sanchez**
(Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP - Bauru)

Prof. Dr. **Cesar Renato Foschini**
(Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"/UNESP - Bauru)

Resultado:

Aprovado

APROVADO

APROVADO

APROVADO

APROVADO

Coordenador do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica:
Prof. Associado **Marcelo Areias Trindade**

Presidente da Comissão de Pós-Graduação:
Prof. Associado **Paulo César Lima Segantine**

À minha família, com amor, admiração e gratidão por sua compreensão, carinho, presença e incansável apoio ao longo do período de elaboração deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço a **DEUS**, por permitir que eu alcançasse mais essa vitória e por todas as bênçãos recebidas durante a minha conquista.

Aos meus **PAIS** *Aulus Santini Fiocchi* e *Sônia Maria Alessio Alves Fiocchi*, aos quais devo a minha vida e tudo o que sou. Com eles, aprendi valores e princípios que levarei por toda a vida. Obrigado pelo incentivo e por sempre acreditarem no meu potencial.

Agradeço, também, às minhas **IRMÃS** *Thaís Alves Fiocchi* e *Camila Alves Fiocchi* por estarem sempre ao meu lado.

À minha eterna **AMIGA** *Samira Salmeron*, obrigado pela dedicação, carinho e apoio, sempre me incentivando. Muito do que sou hoje devo à nossa convivência.

À família **SALMERON** *Antonio Salmeron*, *Lidia Bonocher Salmeron*, *Samira Salmeron* e *Sintia Salmeron*. Pessoas que estiveram ao meu lado em momentos decisivos, ensinando lições que muito contribuíram com minha formação profissional e pessoal. Muito obrigado.

Ao meu **ORIENTADOR** *Carlos Alberto Fortulan*, obrigado por sua contribuição ao longo de todo o desenvolvimento desse trabalho. Agradeço o empenho, a dedicação, a confiança e a amizade.

Ao meu **COORIENTADOR** no Brasil *Luiz Eduardo de Angelo Sanchez*, obrigado por estar sempre presente na minha formação. Agradeço o esforço, o apoio incondicional, a confiança e a paciência. Serei eternamente grato pela amizade e por ter me ajudado a conquistar mais essa vitória.

Ao meu **COORIENTADOR** nos Estados Unidos da América *Ioan D. Marinescu*, obrigado por contribuir na minha formação. Agradeço a amizade, a paciência e o suporte. Serei eternamente grato.

Aos meus **AMIGOS** *Gill Bukvic, Renan Luis Fragelli, Rubens Roberto Ingraci Neto e Athos Bernardes*, que, de maneiras distintas, muito contribuíram para a execução deste trabalho. Pessoas que estarão sempre comigo, com as quais aprendi o valor da verdadeira amizade.

À minha querida **TIA** *Andréa Alessio Vieira Alves*, exemplo de pessoa e profissional, em quem procuro me espelhar. Obrigado pelo incentivo, apoio, cumplicidade e por ser alguém com quem sempre poderei contar.

Aos **PROFESSORES DA FACULDADE ENGENHARIA DE BAURU**, especialmente *Prof. Gilberto Magalhães, Prof. Geraldo Luiz Palma, Prof. Carlos Eduardo Bianchi, Prof. Carlos Alberto Soufen, Prof. Luiz Daré Neto, Prof. Reinaldo Sebastião Silva, Prof. Vicente Luiz Scalon, Prof. Yukio Kobayashi, Prof. João Eduardo Guarnetti dos Santos, Prof. Edson Antônio Capello Sousa e Prof. Cesar Renato Foschini*, obrigado pelo auxílio e pelo empenho na concretização deste trabalho.

Aos **FUNCIONÁRIOS DA FACULDADE ENGENHARIA DE BAURU**, especialmente *Hamilton José de Mello, Osmar Luiz Martinelli, Ulisses Frazão de Oliveira Tiburcio, Carlos Roberto Furlanetto, Cristiano Angélico, Isabel Cristina Fontes Saggioro e Jose Marcelo Felix da Silva*.

Aos **PROFESSORES DA ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**, especialmente *Prof. Benedito de Moraes Purquerio*, obrigado pelas orientações e discussões que auxiliaram na execução deste trabalho.

Aos **PROFESSORES** *Luiz Eduardo de Angelo Sanchez e Antônio Carlos Hernandes*, agradeço a participação como membros da banca avaliadora de qualificação e contribuições no melhoramento deste trabalho.

Ao **PROFESSOR** *Antônio Carlos Hernandes*, diretor do Instituto de Física de São Carlos (IFSC), agradeço pela disponibilidade, orientação e por abrir as portas dos laboratórios

do Grupo de Crescimento de Cristais do Departamento de Física da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC) da Usp de São Carlos.

Ao **PROFESSOR** *Paulo Noronha Lisboa-Filho*, agradeço pela disponibilidade, orientação e utilização do laboratório do Grupo de Materiais Avançados (MAv) do Departamento de Física da Faculdade de Ciências da Unesp de Bauru.

Aos **FUNCIONÁRIOS DA ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS**, especialmente a *Ana Paula Bueno Bardelotte* e a *Iara Alice de Oliveira*, funcionárias administrativas da Pós-Graduação; *José Carlos Risardi*, técnico da Oficina Mecânica; e *Luiz Adalberto Penazzi*, técnico do Laboratório de Tribologia e Compósitos (LTC). Agradeço a pronta ajuda sempre que solicitados.

Aos **FUNCIONÁRIOS DO INSTITUTO DE FÍSICA DE SÃO CARLOS**, especialmente o *Wagner Rafael Correr* e *Maria Inês Basso Bernardi*. Muito obrigado pelo esforço e dedicação na realização e interpretação dos ensaios de difração de raios x, espectroscopia Raman e microscopia confocal de epi-fluorescência.

Ao **COLEGA**, *Rafael Nunes Almeida*, diretor da empresa *Maceral acessórios off-road*. Muito obrigado pelo apoio incondicional.

Aos **COLEGAS DO JEEP CLUBE DE BAURU**, obrigado por proporcionarem momentos de descontração e alegria que me deram forças para concluir esta pesquisa.

À **CAPES** (Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior) pela Bolsa de Estudos concedida.

À **FAPESP** (Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo) pelos Auxílios à Pesquisa (processos número 2011/22486-7 e 2008/50233-3), tornando financeiramente possível a realização desta pesquisa.

Agradeço a todos que, de forma direta ou indireta, contribuíram para a consumação de mais uma importante etapa em minha vida.

Inovação distingue um líder de um seguidor

Steve Jobs

RESUMO

FIOCCHI, A. A., Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: Lapidorretificação U_d de superfícies planas de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria. 2014. 327f. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

O presente estudo aborda a fronteira da manufatura de ultraprecisão (UP) da zircônia tetragonal policristalina estabilizada com 3 mol% de ítria (3Y-TZP), realizado por meio da lapidorretificação U_d . A crescente demanda por produtos de cerâmicas avançadas com: elevado acabamento e integridade superficial; alta exatidão de forma; e menor custo de fabricação, tem fomentado pesquisas em diversas áreas da nanociência e nanotecnologia (N&N), visando sobrepujar as limitações ou agregando as principais vantagens dos tradicionais processos de retificação, lapidação e polimento. Em decorrência das excepcionais propriedades mecânicas, a cerâmica 3Y-TZP tem sido extensivamente aplicada na indústria. A 3Y-TZP, entretanto, pode apresentar a desestabilização da sua fase tetragonal em diferentes situações e condições, por exemplo, tendo início na própria manufatura, durante sua usinagem, podendo comprometer seu desempenho. Dessa forma, a 3Y-TZP pode ser considerada um material chave para avaliar e qualificar os processos abrasivos que visam padrão ouro de qualidade que, portanto, não devem suscitar a transformação martensítica. Em meio à pluralidade de processos, destaca-se a lapidorretificação U_d . A presente pesquisa estudou a manufatura UP de superfícies planas de zircônia TZ-3Y-E lapidorretificadas com rebolos de SiC de liga epóxi, almejando rugosidade nanométrica e integridade superficial sem danos microestruturais. Discos de TZ-3Y-E foram prensados isostaticamente a 200 MPa e sinterizados a 1400 °C por 2 horas. Os discos foram caracterizados por meio de ensaios de: microdureza; perfilometria de contato e óptica; MEV-FEG; espectroscopia Raman; DRX; e microscopia confocal de epi-fluorescência. Os projetos mecânico e eletroeletrônico da Lapidorretificadora Fiocchi foram evoluídos na direção da retificação cerâmica UP. Os resultados demonstraram que o projeto evolutivo da lapidorretificadora Fiocchi foi bem sucedido. A execução e controle das etapas de processamento cerâmico foram fundamentais para obter corpos cerâmicos densos e homogêneos, compatíveis com o acabamento aspirado. Os parâmetros de usinagem que se destacaram foram: profundidade de dressagem de 0,1 mm;

pressão de lapidorretificação de 100 kPa; 100 rpm do rebolo e porta-peça; e emulsão (1:40) aplicada por MQF. A aspiração dos resíduos sobre o rebolo melhorou em 21,6% o acabamento, todavia a associação de abrasão dois (rebolo) e três corpos (abrasivos soltos) reduziu em 57,15% a rugosidade. O macroefeito foi visível nos rebolos de #800, #600 e #300 dressados com $U_d = 1$. A menor rugosidade, $R_a = 60,63$ nm, proveio do rebolo #300 dressado com $U_d = 5$. O menor desvio de planeza, $0,308$ μ m, foi obtido com o rebolo de #800 e $U_d = 3$. O processo alcançou condições de plasticidade da zircônia que apontam para o predomínio dos mecanismos de remoção de microcorte e pulverização de material, sem ocorrência de microtrinca. Segundo ensaios de DRX e Espectroscopia Raman, a lapidorretificação U_d não provocou transformação martensítica. Todavia, o rebolo de #300 gerou alargamento assimétrico dos picos tetragonais nas proximidades de $2\theta = 35^\circ$ e 39° e a reversão das intensidades dos picos tetragonais a 40° e 41° . A reversão foi atribuída a mudança do domínio ferroelástico e a reorientação de planos cristalográficos em nível de cristalito. Os estudos sugerem que a usinagem introduziu tensão residual de compressão que pode ter estabilizado a fase romboédrica. Não há relato de processo capaz de alcançar acabamento nanométrico similar com mesmo tamanho e tipo de abrasivo. A lapidorretificação U_d pode substituir o engajamento da retificação, lapidação e polimento de cerâmica avançada.

Palavras-chave: Manufatura de cerâmica avançada. Projeto mecânico. Caracterização cerâmica. Retificação de ultraprecisão. Lapidorretificação U_d . Acabamento nanométrico. Nanotecnologia.

ABSTRACT

FIOCCHI, A.A., **Science and technology of ultra-precision manufacturing of advanced ceramics: U_d-lap grinding of flat surfaces of tetragonal zirconia polycrystal estabilized with itria.** 2014, 327p. Thesis (Doctoral) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2014.

The present study focuses on the border of ultra-precision (UP) manufacturing of 3 mol% yttria tetragonal zirconia polycrystal (3Y-TZP), carried out by U_d-lap grinding. The increasing demand for advanced ceramic products with: high surface finish and integrity; high form accuracy; and lower manufacturing cost, has encourage research in several areas of nanoscience and nanotechnology (N&N), to overcome the limitations or adding the main advantages of traditional grinding, lapping, and polishing processes. 3Y-TZP ceramics has been extensively applied by industry due to its exceptional mechanical properties. The 3Y-TZP, however, can present destabilization of its tetragonal phase in different situations and conditions. In the beginning of its manufacture, during its machining for instance, which may compromise its performance. Thus, the 3Y-TZP can be considered a key material to evaluate and qualify abrasive processes aiming gold standard quality that, therefore, should not raise the martensitic transformation. In the midst of plurality of processes, it is noteworthy the U_d-lap grinding. This research studied the UP manufacture of flat TZ-3Y-E zirconia surfaces lap ground with epoxy binder SiC grinding wheels, aiming to nanometer roughness and microstructural integrity without damage. Discs of TZ-3Y-E were isostatically pressed at 200 MPa and sintered at 1400 °C for 2 hours. The discs were characterized by tests of: microhardness; contact and optical profilometry; FEG-SEM; Raman spectroscopy; XRD; and confocal epi-fluorescence. Mechanical and electric-electronic designs of Fiocchi lap grinder were developed toward the UP ceramic grinding. Results showed that the developmental design of Fiocchi lap grinder was successful. The accomplishment and control of ceramic processing stages were essential for dense and homogenous ceramic bodies, compatible with the finish aspired. The machining parameters that stood out were: 0.1 mm depth of dressing; 100 kPa lap grinding pressure; 100 rpm grinding wheel and workpiece-holder; and emulsion applied by MQF. Suction of debris on the grinding wheel has improved finishing in 21.6%, however the combination of two-body abrasion (grinding wheel) and three-body abrasion

(loose abrasives) decreased roughness in 57.15%. The macroeffect was visible on #800, #600, and #300 dressed with $U_d = 1$. The best finishing, $R_a = 60.63$ nm, came from #300 grinding wheel dressed with $U_d = 5$. The smallest flatness deviation, 0.308 μm , was obtained with the #800 grinding wheel and $U_d = 3$. The process has achieved zirconia plasticity conditions pointing towards predominance of microcutting and pulverization material removal mechanism without causing microcrack. According to XRD and Raman spectroscopy, the U_d -lap grinding caused no martensitic transformation. However, #300 grinding wheel has generated asymmetric broadening of the tetragonal peaks close to $2\theta = 35^\circ$ e 39° and reversal of the intensities of 40° and 41° tetragonal peaks. The reversal was attributed to ferroelastic switching and reorientation of crystallographic planes into crystallite level. Studies suggest that the machining has introduced compressive residual stress that may have stabilized rhombohedral phase. There is no report of an abrasive process capable of achieving similar nanometric finish with same grit size and type of abrasive. The U_d -lap grinding can replace the engagement of grinding, lapping, and polishing of advanced ceramics.

Keywords: Advanced ceramic manufacturing. Mechanical design. Ceramic characterization. Ultra-precision grinding. U_d -lap grinding. Nanometric finishing. Nanotechnology.

LISTA DE FIGURAS, GRÁFICOS E FLUXOGRAMAS

Figura 2.1 – Exemplo de produtos cerâmicos (INSACO, 2013).	49
Figura 2.2 – Tensões em uma trinca elíptica (Adaptado de INGLIS, 1913; SAKAI, 1988; SHACKELFORD, 2008).....	52
Figura 2.3 – Modos de abertura de uma trinca submetida a (Modo I) tração, (Modo II) cisalhamento e (Modo III) torção (SUN e JIN, 2012).....	54
Figura 2.4 – (a) Esquema da transformação martensítica de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) mostrando os planos usuais de geminação e deformação de forma. (b) Arranjo simples da transformação $t \rightarrow m$ quando a superfície livre corresponde a (001) _t . A topografia da superfície é observada por microscopia de força atômica (MFA) (Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).....	59
Figura 2.5 – Diagrama de fase ZrO_2 - Y_2O_3 . Fases metaestáveis retidas à temperatura ambiente são indicadas logo acima do eixo horizontal. As linhas tracejadas mostram a transição de não-equilíbrio tetragonal-monoclinica e cúbica-tetragonal (Adaptado de SCOTT, 1975 e CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007)	60
Figura 2.6 – Descrição da transformação tetragonal para monoclinica em diferentes etapas com técnicas distintas. (gráfico central) Evolução da fração monoclinica versus tempo medida por difração de raios x juntamente com modelos analítico e numérico. (Canto superior esquerdo) Estágio inicial da transformação observado por microscopia de força atômica - a transformação se inicia no contorno de grão e se propaga para o resto dele. (inferior) Processo de nucleação e crescimento observado por interferometria óptica – as áreas circuladas indicam pontos monoclinicos. (lado direito) Crescimento para dentro do corpo observado por microscopia eletrônica de varredura da seção transversal (Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).....	62
Figura 2.7 – Microscopia de força atômica (MFA) mostrando as ripas martensíticas cruzando o contorno de grão. As linhas tracejadas indicam a interface entre variações monoclinicas que estão crescendo no grão vizinho através do contorno de grão (linha branca tracejada) (Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007)	63
Figura 2.8 – Microscopia de força atômica da superfície parcialmente transformada, mostrando a transformação preferencial na vizinhança do risco do polimento (áreas mais claras). O gráfico representa o perfil perpendicular ao risco (Adaptado de DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006).....	64
Figura 2.9 – (a) Representação esquemática da seção transversal com abrasivos de granulometria de 1 ou 3 μm e (b) mesma representação para alta densidade de riscos e granulometria do abrasivo de 6 μm (Adaptado de DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006).....	65
Figura 2.10 – Modo de fratura do MgO em função do tamanho de grão (Adaptado de DAVIDGE, 1978).....	66
Figura 2.11 – Tenacidade à fratura e resistência à fratura versus fração volumétrica de ZrO_2 em uma matriz de Al_2O_3 (Adaptado de ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).....	68

Figura 2.12 – Representação do mecanismo de tenacificação da ZrO_2 por transformações de partículas de ZrO_2 induzidas por tensão (Adaptado de CALLISTER, 2002).	69
Figura 2.13 – Técnicas usuais de obtenção de uma peça de cerâmica avançada (AUTOR)....	72
Figura 2.14 – Representação esquemática de um aglomerado formado por partículas primárias policristalinas densas (Adaptado de RAHAMAN, 2005).	75
Figura 2.15 – Tamanho de partícula versus tempo de moagem em moinho de bolas (Adaptado de BEDDOW, 1980).	77
Figura 2.16 – Grânulos de alumina obtidos por secagem por pulverização, com aumentos de (a) 100x, (b) 500x, (c) 5000x e (d) 20000x (BUKVIC, 2011).	79
Figura 2.17 – Representação esquemática dos processos de secagem por pulverização, (a) sentido da corrente e (b) contra corrente (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).	80
Figura 2.18 – Influência do ligante na resistência à ruptura de peças prensadas (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).	82
Figura 2.19 – Evolução do T_g do PVA dependendo da concentração de água e de PEG 600 (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).	83
Figura 2.20 – Fluxograma geral da manufatura de uma peça cerâmica (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).	85
Figura 2.21 – Evolução da porosidade intergranular e intragranular durante a prensagem de pós secos por pulverização (Adaptado de RAHAMAN, 2005).	88
Figura 2.22 – Os três estágios da prensagem (Adaptado de REED, 1995).	88
Figura 2.23 – (a) prensagem uniaxial de simples ação e (b) dupla ação (Adaptado de ALBARO, 2001).	89
Figura 2.24 – Perfis de pressão em uma peça compactada de pó não granulado (Adaptado de GERMAN, 1987).	90
Figura 2.25 – Princípios da prensagem isostática (a) de molde molhado e (b) molde seco (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).	92
Figura 2.26 – Diagrama esquemático do modelo térmico de remoção de ligante por degradação oxidativa. A interface de vapor está a uma distância L da superfície do compactado (Adaptado de GERMAN, 1987).	93
Figura 2.27 – Falhas da remoção do ligante dependendo da cinética de aquecimento (alumina + polipropileno + cera). (a) peças com 3 mm de espessura e (b) peças com 6 mm de espessura (Adaptado de PINWILL, EDIRISINGHE e BEVIS, 1992).	93
Figura 2.28 – Técnicas de processamento para materiais cerâmicos (Adaptado de EL-WARDANY <i>et al.</i> , 2009).	95
Figura 2.29 – Sinterização de quatro partículas. Na sinterização com densificação há a redução da porosidade e retração dimensional: $L_{final} = L_0 - \Delta L$. Alguns mecanismos não promovem a densificação e permitem apenas o crescimento de grão (Adaptado de KINGERY, BOWEN e UHLMANN, 1976).	97
Figura 2.30 – Seis diferentes mecanismos podem contribuir para a sinterização de uma massa consolidada de partículas cristalinas: (1) difusão superficial, (2) difusão na rede a	

partir da superfície, (3) transporte de vapor, (4) difusão no contorno de grão, (5) difusão na rede a partir do contorno de grão e (6) fluxo viscoso. Somente mecanismos 1, 2 e 3 levam a densificação, mas todos causam o crescimento do pescoço e, portanto, influenciam na velocidade de densificação (Adaptado de RAHAMAN, 2005 e BROOK, 1990).....	99
Figura 2.31 – (a) Microestrutura de alumina sinterizada sem porosidade entre os grãos cristalinos. (b) A sinterização do silício levou a formação de uma rede contínua de material sólido (área branca) e porosidade (área escura) sem nenhuma contração durante a mudança microestrutural (BROOK, 1990).....	100
Figura 2.32 – Influência do estado de tensão na resistência à ruptura por cisalhamento, τ_B , tensão de escoamento por cisalhamento, τ_F , e deformação plástica de materiais duros e frágeis (Adaptado de MOHR, 1900 <i>apud</i> BRINKSMEIER <i>et al.</i> , 2010).....	106
Figura 2.33 – Interação física entre partículas abrasivas e a superfície da peça na retificação (Adaptado de ZUM, 1987 e SINHOFF, 1997).....	108
Figura 2.34 – Profundidade de corte crítica, $a_{e,crit}$, de vidros ópticos (Adaptado de KOCH, 1992).....	110
Figura 2.35 – Desenvolvimento da exatidão de usinagem alcançável (Adaptado de LEE <i>et al.</i> , 2006 após TANIGUSHI, 1983).....	111
Figura 2.36 – Classificação da usinagem de ultraprecisão dependendo do material, mecanismo de remoção e processo (Adaptado de BRINKSMEIER <i>et al.</i> , 2010).....	113
Figura 2.37 – Região de contato entre dressador e rebolo (FIOCCHI, 2010).....	117
Figura 2.38 – Variações do processo de descarga elétrica dos métodos de perfilagem e dressagem circunferencial de rebolo (Adaptado de KLINK, 2009).....	119
Figura 2.39 – Princípio de perfilagem e dressagem por descarga elétrica na máquina-ferramenta (Adaptado de SUZUKI, UEMATSU e NAKAGAWA, 1987).....	120
Figura 2.40 – Representação esquemática da retificação ELID (Adaptado de OHMORI e NAKAGAWA, 1995).....	121
Figura 2.41 – Classificação dos processos de retificação de superfície (Adaptado de DIN 8589, 2002).....	125
Figura 2.42 – Representação esquemática da lapidorretificação ELID (Adaptado de ITOH e OHMORI, 1996).....	127
Figura 2.43 – Efeito do ELID na manutenção da taxa remoção (Adaptado de ITOH e OHMORI, 1996).....	128
Figura 2.44 – influência do número <i>mesh</i> (#) na rugosidade e na taxa de remoção de carboneto de tungstênio e silício monocristalino (ITOH e OHMORI, 1996).....	128
Figura 2.45 – Representação das principais características da lapidorretificadora CNC projetada e construída por Fiocchi. (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ 2011; FIOCCHI <i>et al.</i> , 2011).....	131
Figura 2.46 – Representação esquemática das operações de dressagem e lapidorretificação U_d (FIOCCHI e SANCHEZ, 2011).	132

Figura 2.47 – Espectros Raman típicos das fases (a) monoclinica, (b) tetragonal e (c) mistura de t+m. Picos tetragonais a 147 e 265 cm^{-1} (+) e par de picos em 181-190 cm^{-1} (●) estão indicados, os quais são usados nas equações para quantificação de fase monoclinica por espectroscopia Raman (Adaptado de TABARES e ANGLADA, 2010).....	137
Figura 2.48 – Métodos para determinação das intensidades integradas de um espectro Raman. A “intensidade Raman” é definida pela área A, enquanto a “intensidade fluorescente” é determinada pela área A + B; finalmente, a intensidade integrada pode ser calculada pelo ajuste do espectro com distribuições <i>Gaussian-Lorentzian</i> (Adaptado de TABARES e ANGLADA, 2010).	139
Figura 2.49 – (a) Espectro de DRX de amostra de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada (PSZ) (1) sinterizada e polida, (2) sinterizada e retificada e (3) sinterizada e retificada com ângulo incidente de difração de 1°. (b) Detalhe do espectro normalizado na faixa de $26^\circ \leq 2\theta \leq 37^\circ$	142
Figura 3.1 – Mercado global de nanotecnologia por setor de atividade para 2012 (Adaptado de CIENTIFICA LTD, 2008).....	146
Figura 3.2 – Diagrama pneumático do sistema de vácuo da placa de fixação da peça.	149
Figura 3.3 – Desenho técnico em corte da placa ranhurada de vácuo.	149
Figura 3.4 – Técnica de fixação da peça com adesivo.	150
Figura 3.5 – Porta-peça com fixação de até 6 peças, cada uma por meio de dois parafusos Allen M4x0,7 a 120° (FIOCCHI, 2010).....	151
Figura 3.6 – Remoção do cabeçote (FIOCCHI, 2010).....	151
Figura 3.7 – Guia linear do eixo Z que se conecta a superfície funcional da estrutura do cabeçote.	152
Figura 3.8 – Desenho técnico em corte do conjunto montado do cabeçote.	153
Figura 3.9 – Desenho do conjunto montado do cabeçote, sem parafusos, em perspectiva....	153
Figura 3.10 – Desenho do conjunto montado em perspectiva dos componentes do sistema de acionamento do porta-peça.....	155
Figura 3.11 – (a) Esboço dos subconjuntos da lapidoretificadora (a) Fiocchi (2010) e (b) atual	156
Figura 3.12 – Definição de resolução, exatidão e repetibilidade (Adaptado de SLOCUM, 1992).....	157
Figura 3.13 – <i>Step motor driver</i> STR8 (Adaptado de APPLIED MOTION PRODUCTS, 2010).....	158
Figura 3.14 – Diagrama de bloco do <i>step motor drive</i> STR8 (APPLIED MOTION PRODUCTS, 2010).	159
Figura 3.15 – Fonte KTC PSK-3 560 W (Adaptado de KALATEC, 2013).	159
Figura 3.16 – Representação do diagrama de acionamento e controle da segunda versão da lapidoretificadora Fiocchi.	160

Figura 3.17 – Diagrama pneumático, hidráulico e elétrico do pulverizador de fluido de corte da lapidorretificadora.....	161
Figura 3.18 – Localização dos bocais de aspiração e aplicação de fluido de corte.	162
Figura 3.19 – Etapas e características da manufatura cerâmica.	163
Figura 3.20 – Esboço digital e jarro de Nylon [®]	164
Figura 3.21 – Mistura em moinho de bolas e secagem manual da cerâmica.	166
Figura 3.22 – Peneira Solotest com abertura de malha de 180 µm utilizada para granular e selecionar a cerâmica.....	166
Figura 3.23 – Molde para prensagem uniaxial de simples ação.....	167
Figura 3.24 – Preparação das amostras em recipiente elastomérico hermético para prensagem isostática em molde úmido.	168
Figura 3.25 – Desenho técnico, fora de escala, do dressador de ponta única de diamante natural fornecido pela empresa Royal Diamond (FIOCCHI, 2010).....	173
Figura 3.26 – Fotografias do (a) dressador novo e (b) desgastado após dressagem - ampliação 25x (FIOCCHI, 2010).	174
Figura 3.27 – Inserto diamantado Royall Diamond e porta-ferramenta adaptado.	174
Figura 4.1 – Fotografias da placa ranhurada para fixação à vácuo. (a) perspectiva superior e (b) inferior.	180
Figura 4.2 – Vaso de separação de precipitado sólido na linha de vácuo.	181
Figura 4.3 – Comparação entre quantidade e localização das peças cerâmicas coladas no vidro.....	182
Figura 4.4 – Vista em perspectiva explodida das peças do cabeçote.	183
Figura 4.5 – Corpo do cabeçote de aço ABNT 1045 mostrado em duas perspectivas.	183
Figura 4.6 – Sequência de montagem do novo cabeçote.	184
Figura 4.7 – Montagem final do cabeçote.....	184
Figura 4.8 – Etapas da montagem do painel elétrico do servomotor.	186
Figura 4.9 – Painel elétrico da lapidorretificadora: (a) painel anterior (FIOCCHI, 2010) e (b) atualizado.....	187
Figura 4.10 – Conjunto de conectores SAK dos cabos de controle da lapidorretificadora....	188
Figura 4.11 – Lapidorretificadora Fiocchi.	189
Figura 4.12 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da zircônia Tosoh TZ-3Y-E	190
Figura 4.13 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da zircônia Tosoh TZ-3Y-E aglomerada após secagem e antes de desaglomerados.....	193
Figura 4.14 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da TZ-3Y-E granulada em malha #80 (180 µm).	194

Figura 4.15 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da TZ-3Y-E conformada a 200 Mpa em diferentes ampliações.	195
Figura 4.16 – Peça de TZ-3Y-E sinterizada e lapidorretificada ainda com heterogeneidade superficial oriunda de contaminação durante etapa de conformação.	196
Figura 4.17 – Peça de TZ-3Y-E sinterizada com impressão da rugosidade do molde adquirida na prensagem uniaxial.	197
Figura 4.18 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies das amostras sinterizadas a (a) 1350, (b) 1400, (c) 1420 e (d) 1450 °C para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.	198
Figura 4.19 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras sinterizadas a (a) 1350, (b) 1400, (c) 1420 e (d) 1450 °C para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.	199
Figura 4.20 – Porosidade aparente aberta em função da temperatura de sinterização da TZ-3Y-E para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento	199
Figura 4.21 – Densidade aparente em função da temperatura de sinterização da TZ-3Y-E para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.	200
Figura 4.22 – Rugosidade Ra em função do tempo sob diferentes valores de profundidade de dressagem (a_d), rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e emulsão aplicada com MQF.	201
Figura 4.23 – Rugosidade Ra em função do tempo sob diferentes valores de pressão de lapidorretificação U_d (P), rebolo de SiC #800, $U_d = 3$ e emulsão aplicada com MQF	202
Figura 4.24 – Rugosidade Ra em função do tempo sob diferentes técnicas de aplicação e fluidos de corte na lapidorretificação U_d , rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e $a_d = 0,1$ mm.	204
Figura 4.25 – Rugosidade Ra em função do tempo avaliada (0 a 60 min) sem aspiração, (60 a 80 min) com aspiração, (80 a 100 min) sem aspiração e adição de Al_2O_3 e (100 a 120 min) com aspiração e adição de Al_2O_3 . Rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e $a_d = 0,2$ mm.	208
Figura 4.26 – Micrografias das diferentes superfícies dos rebolos após a operação de dressagem (D).	210
Figura 4.27 – Micrografias das diferentes superfícies dos rebolos após a lapidorretificação U_d (L).	210
Figura 4.28 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	211
Figura 4.29 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	212
Figura 4.30 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	213

Figura 4.31 – Rugosidade R_t em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	214
Figura 4.32 – Rugosidade R_a em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #800, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	215
Figura 4.33 – Rugosidade R_a em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #600, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	215
Figura 4.34 – Rugosidade R_a em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #300, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	216
Figura 4.35 – Rugosidade R_t em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #600, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	217
Figura 4.36 – Rugosidade R_t em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #300, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	217
Figura 4.37 – Rugosidade R_a após 60 minutos de lapidorretificação U_d para diferentes U_d 's e granulometrias de rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF...	218
Figura 4.38 – Rugosidade R_t após 60 minutos de lapidorretificação U_d para diferentes U_d 's e granulometrias de rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF...	218
Figura 4.39 – Potência elétrica RMS da operação de dressagem em função do U_d e granulometria do rebolo com dressador cônico de diamante com raio de ponta de 0,5 mm, aproximadamente, e $a_d = 0,1$ mm.	220
Figura 4.40 – Potência elétrica RMS da operação de lapidorretificação U_d em função do U_d e granulometria do rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF...	221
Figura 4.41 – Representação esquemática da macrogeometria teórica (linhas pontilhadas) e real dos rebolos em função do tamanho do abrasivo e do grau de recobrimento na dressagem (U_d).	222
Figura 4.42 – Variação mássica das amostras TZ-3Y-E após 120 minutos de lapidorretificação U_d em função do U_d e granulometria do rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.	223
Figura 4.43 – Perfilometria de contato da peça após sinterização. Face convexa de peça apoiada no fundo do forno e face côncava exposta a maior temperatura de sinterização	225
Figura 4.44 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) do compactado. Objetiva de 20x, campo escuro e luz monocromática.	226
Figura 4.45 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) do sinterizado. Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.	226
Figura 4.46 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) feita ao final das nove condições de lapidorretificação U_d . Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.	227
Figura 4.47 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) da superfície da zircônia lapidorretificada com rebolo de #300 dressado com $U_d = 1$. Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.	228
Figura 4.48 – Desvio de planeza das superfícies lapidorretificadas por uma hora em função da granulometria dos rebolos e U_d 's.	229

Figura 4.49 – Microscopia eletrônica de varredura ao final das nove condições de lapidorretificação U_d	231
Figura 4.50 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microsulcamento na zircônia.	232
Figura 4.51 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microranhuramento na zircônia.	232
Figura 4.52 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microcorte/riscamento na zircônia.	233
Figura 4.53 – Microscopia eletrônica de varredura mostrando os resíduos da lapidorretificação U_d	234
Figura 4.54 – Intensidade Raman <i>versus</i> deslocamento (cm^{-1}) das amostras TZ-3Y-E submetidas as nove condições de lapidorretificação U_d , amostra apenas sinterizada e compactado monoclinico TZ-0. As linhas verticais pretas e vermelhas foram sobrepostas ao gráfico para indicar os deslocamentos das fases tetragonal (t) e monoclinica (m), respectivamente, segundo Pezzotti e Porporati (2004).	235
Figura 4.55 – Intensidade Raman <i>versus</i> deslocamento (cm^{-1}) das amostras TZ-3Y-E submetidas as nove condições de lapidorretificação U_d e apenas sinterizada.	237
Figura 4.56 – Difração de raios x de amostras do (1) pó Tosoh TZ-3Y-E (matéria prima), (2) Tosoh TZ-3Y-E sinterizada (1400 °C, 2 horas), (3) Tosoh TZ-3Y-E lapidorretificada (1 hora, SiC #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm, MQF Emulsão 1:40) e (4) pó Tosoh monoclinico TZ-0.	238
Figura 4.57 – Difração de raios x de amostra do pó Tosoh monoclinico, pó Tosoh TZ-3Y-E (matéria prima), Tosoh TZ-3Y-E sinterizada (1400 °C, 2 horas) e peças Tosoh TZ-3Y-E lapidorretificadas (1 hora, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm, MQF Emulsão 1:40).	239
Figura 4.58 – Microscopia de epi-fluorescência (a) pó Tosoh monoclinico conforme fornecido, (b) pó Tosoh TZ-3Y-E conforme fornecido, (c) compactado 80 MPa Tosoh monoclinico e (4) Tosoh TZ-3Y-E lapidorretificada por 60 minutos com rebolo de SiC de #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm.	242
Figura 4.59 – Microscopias eletrônicas de varredura com <i>field emission gun</i> (MEV-FEG) da matéria prima Tosoh monoclinica TZ-0 conforme fornecida.	243
Figura C.1 – Número de trabalhos encontrados na base de dados Engineering Village para as palavras-chave retificação (grinding), retificação de precisão (precision grinding), retificação de ultraprecisão (ultra-precision grinding) e retificação de ultra-alta precisão (ultra-high precision grinding) de 1973 a 2013 (acessado em 11/04/2013 as 11:38hs).	305

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 – Tensão de ruptura e módulo de elasticidade de alguns materiais cerâmicos.	51
Tabela 2.2 – Resistência e tenacidade à fratura das variedades de zircônia.	69
Tabela 2.3 – Métodos usuais de preparação de pós cerâmicos.	75
Tabela 2.4 – Técnicas de moagem comumente utilizadas para cerâmicas avançadas.	76
Tabela 2.5 – Mecanismos de transporte para o crescimento do pescoço.	102
Tabela 2.6 – Parâmetros de retificação e seus respectivos símbolos.	125
Tabela 2.7 – Descrição de técnicas de avaliação próxima à superfície.	134
Tabela 2.8 – Modelos propostos para quantificação de fase monoclinica por espectroscopia Raman.	138
Tabela 3.1 – Propriedades típicas dos agentes de moagem Tosoh YTZ®	164
Tabela 3.2 – Propriedades do pó e corpo sinterizado de zircônias Tosoh TZ-3Y-E.	165
Tabela 3.3 – Certificado de análise do pó de zircônia Tosoh TZ-3Y-E lote número Z305181P	165
Tabela 3.4 – Parâmetros e condições de lapidorretificação U_d avaliados.	170
Tabela 3.5 – Condições do ensaio de abrasão dois e três corpos.	172
Tabela 4.1 – Tamanho médio de grãos da TZ-3Y-E em diferentes temperaturas de sinterização.	198
Tabela 4.2 – Interpolação linear para determinação da taxa de remoção de material.	223
Tabela 4.3 – Avaliação quantitativa da fração volumétrica da fase monoclinica segundo diversos pesquisadores.	236
Tabela 4.4 – Porcentagem em volume da fase monoclinica (V_m) nas peças lapidorretificadas	241
Tabela C.1 – Características proeminentes dos processos abrasivos que propendem a usinagem de ultraprecisão.	310
Tabela C.2 – Preços dos principais componentes para retificação ELID.	315
Tabela C.3 – Produtos de nanotecnologia desenvolvidos no Brasil.	317

LISTA DE SIGLAS

ABC	Associação Brasileira de Cerâmica
AES	Espectroscopia de elétrons Auger
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CIRP	<i>College International pour la Recherche en Productique</i>
CNC	Controle Numérico Computadorizado
CNI	Confederação Nacional da Indústria
CVD	Deposição química a vapor
DIN	<i>Deutsches Institut für Normung</i>
DRX	Difração de raios x
EA	Emissão Acústica
ECM	Remoção eletroquímica de material
EDM	Electro discharge machining
EESC	Escola de Engenharia de São Carlos
ESCA	Espectroscopia de elétrons para análise química
ELID	<i>Electrolytic in-process dressing</i>
FEG	<i>Field Emission Gun</i>
HD	<i>Hard disk</i>
HIP	<i>Hot isostatic press</i>
HP	<i>Hot press</i>
IFSC	Instituto de Física de São Carlos
IMT	Instituto para Microtecnologia
IQSC	Instituto de Química de São Carlos
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LATUS	Laboratório de Tecnologia da Usinagem
LTC	Laboratório de Tribologia e Compósitos
LTD	<i>Low temperature degradation</i>

MET	Microscopia eletrônica de transmissão
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
NG	<i>Nucleation and Growth</i>
PEG	Polietileno glicol
PIPE	Pesquisa Inovativa em Pequenas Empresas
PMMC	<i>Precision Micro-Machining Center</i>
PV	Distância pico-vale
PVA	Álcool polivinílico
PVAI	Poli (álcool polivinílico)
PVD	Deposição física a vapor
PVB	Póli (vinil butiral)
SIMS	Espectroscopia de massa de íons secundários
TR	Taxa de remoção
TRM	Taxa de remoção de material
UFSCar	Universidade Federal de São Carlos
UNESP	Universidade Estadual Paulista
UNIDO	Organização das Nações Unidas para o Desenvolvimento Industrial
UP	Ultraprecisão
USP	Universidade de São Paulo
XPS	Espectroscopia de raios x e de fotoelétrons

LISTA DE SÍMBOLOS

A	Extremidade da elipse
Å	Angstrom
a_0	Distância interatômica
a_d	Profundidade de dressagem
a_p	Largura de retificação
$a_{e,crit}$	Profundidade crítica de corte
A_S	Transformação de monoclínica para tetragonal
Al_2O_3	Alumina ou óxido de alumínio
$Al_2O_3-TiO_2$	Óxido de alumínio - óxido de titânio
Al_2O_3-TiC	Óxido de alumínio - carbeto de titânio
b	Semieixo da elipse
b_d	Largura de atuação do dressador
b_{dr}	Largura real de atuação do dressador
$b_{s,eff}$	Largura de retificação
B_w	Largura de retificação
c	Semieixo da elipse
°C	Grau Celsius
CaO	Óxido de cálcio
CeO_2	Óxido de cério
c_i	Tamanho do defeito
cm	Centímetro
Cr_2O_3	Óxido de cromo
d	Tamanho do grão
D_{ap}	Densidade aparente
DC	Corrente elétrica contínua
D_m	Diâmetro médio equivalente
dS	Variação da área superficial

dV	Variação volumétrica
D_v	Difusividade aparente de vacâncias
E	Módulo de elasticidade
E_0	Módulo de elasticidade do material sem poros
f	Avanço de dressagem
g	Grama
GPa	Giga Pascal
$h_{cu,max}$	Espessura máxima de cavaco
$h_{id,crit}$	Espessura específica crítica de cavaco do material
HK	<i>Hardness Knoop</i>
HV	<i>Hardness Vickers</i>
H ₂ O	Água
k	Constante de sinterização dependente da temperatura
K	Número dependente da geometria na sinterização
K_C	Fator crítico de intensidade de tensão
K_{IC}	Tenacidade à fratura
K_{Ii}	Fator de intensidade de tensão
kW	Quilo Watt
L_{final}	Comprimento final
L_0	Comprimento inicial
L_1 e L_2	Representam comprimento ou área ou volume
Mg	Magnésio
MgO	Óxido de magnésio
MPa	Mega Pascal
M	Número que varia de acordo com o mecanismo de transporte na sinterização
M_S	Transformação de tetragonal para monoclínica
m	Fase monoclínica
m	Metro
m	Parâmetro de Weibull

mm	Milímetro
m/s	Metro por segundo
N	Número que varia de acordo com o mecanismo de transporte na sinterização
N_L	Razão entre a rotação do corpo de prova e o rebolo na lapidoretificação U_d
nm	Nanômetro
n_p	Rotação do corpo de prova durante a lapidoretificação
n_r	Rotação do rebolo na lapidoretificação e dressagem
N.m	Newton metro
N_c	Constante empírica
P_f	Fração volumétrica de poros fechados
P	Pressão de usinagem
P_z	Tamanho da zona de processo
Q	Raio de curvatura da extremidade da elipse
R_a	Rugosidade média aritmética
R_t	Rugosidade entre pico e vale
$R_{1,2}$	Raio de curvatura da partícula em sinterização
s	Raio do pescoço na sinterização
S_d	Largura de atuação do dressador
SiC	Carbeto de silício ou carboneto do silício
Si_3N_4	Nitreto de Silício
t	Fase tetragonal
T_g	Temperatura de transição vítrea
U_d	Grau de recobrimento na dressagem
V_s ou V_c	Velocidade do rebolo
V_v	Vacâncias de volume
V_w ou V_{ft}	Velocidade da peça/trabalho
Vol%	Unidade de volume em porcentagem
WC-Co	Carboneto de tungstênio ou metal duro
Y_2O_3	Óxido de ítrio ou ítria

Y-TZP	Cerâmica tetragonal policristalina estabilizada com ítria
Zn	Zinco
ZrO ₂	Zircônia
ZrO ₂ -CeO ₂	Zircônia estabilizada com óxido de cério
ZrO ₂ -Y ₂ O ₃	Zircônia estabilizada com óxido de ítrio
ZrO ₂ -c	Zircônia na fase cúbica
ZrO ₂ -t	Zircônia na fase tetragonal
μm	Micrometro
σ	Tensão de tração
σ ₀	Tensão de ruptura do material sem poros
σ _r	Tensão de ruptura ou tensão para propagar uma trinca
σ _{max}	Tensão normal máxima
σ _{min}	Tensão normal mínima
γ	Energia de fratura
γ _i	Energia efetiva para iniciar a fratura
γ _s	Tensão superficial
ν	Coefficiente de Poisson
π	Pi
Y	Fator dependente dos tamanhos relativos da falha e da amostra
ΔL	Variação de comprimento
ΔL/L ₀	Retração linear
ΔG _{t-m}	Variação da energia total livre
ΔG _c	Energia química livre
ΔU _{SE}	Energia de deformação associada as partículas transformadas
ΔU _S	Mudança na energia associada a superfície da partícula
τ	Tensão de cisalhamento
τ _B	Resistência à ruptura por cisalhamento
τ _F	Tensão de escoamento por cisalhamento
τ _{max}	Tensão máxima de cisalhamento

λ	Comprimento de onda
#	Número <i>Mesh</i>

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	41
1.1	Objetivos do trabalho.....	44
1.2	Estrutura do trabalho	45
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	47
2.1	Material cerâmico	47
2.1.1	Propriedades mecânicas das cerâmicas.....	50
2.1.1.1	Mecânica da fratura	53
2.1.1.2	Crescimento subcrítico de trincas.....	57
2.1.1.3	Mecanismo de reforço	65
2.1.2	Técnicas de fabricação e processamento cerâmico.....	70
2.1.2.1	Pó cerâmico	72
2.1.2.2	Adaptação do sistema ao processo de moldagem.....	76
2.1.2.3	Consolidação cerâmica.....	84
2.1.2.3.1	<i>Conformação Coloidal.....</i>	<i>86</i>
2.1.2.3.2	<i>Prensagem.....</i>	<i>87</i>
2.1.2.4	Remoção de ligante e pré-queima	92
2.1.2.5	Usinagem cerâmica branca e verde	94
2.1.2.6	Sinterização	96
2.1.2.7	Acabamento.....	103
2.2	Manufatura de Ultraprecisão	105
2.2.1	Mecanismo de remoção na usinagem de cerâmicas avançadas	105
2.2.2	Retificação de ultraprecisão.....	110
2.2.3	Evolução dos processos abrasivos especiais.....	114
2.2.3.1	Retificação	115
2.2.3.1.1	<i>Dressagem do rebolo</i>	<i>115</i>
2.2.3.2	Retificação ELID	120
2.2.3.3	Lapidação	122
2.2.3.3.1	<i>Cinemática da lapidação</i>	<i>123</i>
2.2.3.3.2	<i>Disco de lapidação faceado</i>	<i>124</i>
2.2.3.4	Retificação à pressão constante	124
2.2.3.4.1	<i>Brunimento plano.....</i>	<i>126</i>
2.2.3.4.2	<i>Lapidoretificação ELID</i>	<i>127</i>

2.2.3.4.3	<i>Lapidorretificação empregando disco de ligante resinóide</i>	129
2.2.3.4.4	<i>Nanorretificação</i>	129
2.2.3.4.5	<i>Lapidorretificação U_d</i>	130
2.3	Caracterização cerâmica	133
2.3.1	Determinação quantitativa de fase em zircônia por espectroscopia Raman	136
2.3.2	Determinação quantitativa de fase em zircônia por difração de raios x	140
3	MATERIAL E MÉTODOS	145
3.1	Identificação da demanda	145
3.2	Evoluções no projeto da lapidorretificadora	148
3.2.1	Técnica de fixação da peça na lapidorretificadora	148
3.2.2	Acionamento do porta-peça	154
3.2.3	Sistema elétrico-eletrônico de comando	157
3.3	Seleção e manufatura da zircônia TZ-3Y-E	162
3.3.1	Corpos de prova	163
3.3.1.1	Construção do jarro	163
3.3.1.2	Preparação do pó cerâmico	165
3.3.1.3	Conformação	167
3.3.1.4	Sinterização	168
3.3.1.5	Caracterização cerâmica pré-usinagem	168
3.4	Lapidorretificação U_d	169
3.4.1	Abrasão dois e três corpos na lapidorretificação U_d	171
3.4.2	Monitoramento da potência elétrica	172
3.4.3	Rebolos	173
3.4.4	Dressador	173
3.4.5	Taxa de remoção de material dos corpos de prova	175
3.4.6	Caracterização cerâmica pós-usinagem	175
3.4.6.1	Perfilometria	175
3.4.6.2	Microscopia Eletrônica de Varredura	176
3.4.6.3	Microdureza Vickers	176
3.4.6.4	Espectroscopia Raman	177
3.4.6.5	Difração de Raios x	177
3.4.6.6	Epi-Fluorescência	177
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	179
4.1	Projeto evolutivo da lapidorretificadora	179

4.1.1 Técnica de fixação da peça.....	179
4.1.1.1 Cabeçote da lapidorretificadora	182
4.1.2 Acionamento do porta-peça	185
4.1.3 Sistema elétrico-eletrônico de comando	186
4.2 Fabricação da cerâmica TZ-3Y-E	190
4.2.1 Caracterização da matéria prima TZ-3Y-E	190
4.2.2 Preparação da barbotina	191
4.2.3 Secagem da barbotina.....	192
4.2.4 Granulação	193
4.2.5 Conformação	194
4.2.6 Sinterização	197
4.3 Processo de Lapidorretificação U_d.....	200
4.3.1 Determinação dos parâmetros de Lapidorretificação U_d	201
4.3.1.1 Profundidade de dressagem.....	201
4.3.1.2 Pressão de Lapidorretificação U_d	202
4.3.1.3 Fluido de corte e técnica de aplicação.....	203
4.3.1.4 Abrasão dois e três corpos na lapidorretificação U_d	205
4.3.2 Topografia dos rebolos.....	209
4.3.3 Granulometria do rebolo e grau de recobrimento na dressagem.....	211
4.3.4 Potências elétricas da lapidorretificação U_d	219
4.3.4.1 Potência elétrica RMS de dressagem	219
4.3.4.2 Potência elétrica RMS de lapidorretificação U_d	220
4.3.5 Remoção de material.....	222
4.4 Caracterização superficial.....	224
4.4.1 Microdureza	224
4.4.2 Perfilometria.....	224
4.4.3 Microscopia eletrônica de varredura	230
4.4.4 Espectroscopia Raman	235
4.4.5 Difração de raios x	238
4.4.6 Epi-fluorescência.....	242
5 CONCLUSÃO.....	245
6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS	251
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	253
APÊNDICE A – Evolução do número de trabalhos publicados em retificação	281

APÊNDICE B – Análises das superfícies das peças	283
APÊNDICE C – Discussões sobre os (C.1) processos abrasivos UP, o (C.2) panorama brasileiro de inovação em Nanociência e Nanotecnologia e o desempenho da indústria nacional, a (C.3) qualidade do ensino e disseminação do conhecimento e (C.4) alguns aspectos científicos e tecnológicos da manufatura UP de cerâmicas avançadas	305

1 INTRODUÇÃO

A cerâmica avançada é um material de propriedades especiais que apresenta desempenho, confiabilidade e segurança em temperaturas elevadas, resultado da sua excepcional estabilidade química, fruto das fortes ligações atômicas iônicas coadjuvadas pelas covalentes. Entretanto, as cerâmicas avançadas sofrem em decorrência da sua relativa baixa tenacidade à fratura a qual também eleva significativamente o seu custo devido ao processamento pós-sinterização, normalmente realizado por ferramentas superabrasivas e processos de altíssimo custo.

Com exceção aos vidros, a moldagem plástica e a fusão, não só para as cerâmicas avançadas, são impraticáveis, principalmente devido às ligações químicas que elevam o ponto de fusão, por exemplo, a 2050 °C para a alumina. A fragilidade é uma característica das cerâmicas abaixo de 1000 °C. Além de limitar o seu emprego, também impõe restrições às técnicas de produção, por exemplo, a estampagem e a calandragem. Todas estas limitações sobre os processos de fabricação explicam a razão pela qual a técnica básica de fabricação é a sinterização de pós compactados. Essa oposição é bem evidente entre metais e cerâmicas.

Como as cerâmicas são frágeis, a falha mecânica geralmente ocorre pela propagação de trincas. Trincas iniciais, precursoras da falha, são defeitos normalmente originados de irregularidades adquiridas nas etapas de obtenção da peça e/ou durante o seu processamento pós-sinterização, portanto, no projeto de um produto de cerâmica avançada, é necessária atenção a cada uma das fases do processamento.

Pesquisadores têm demonstrado que peças cerâmicas manufaturadas sob condições idênticas podem exibir grandes variações de resistência à ruptura, incluindo aquelas de pequenas dimensões. Quando produtos com estes materiais são empregados em situações de solicitação mecânica, o projetista deve assegurar que a probabilidade de ruptura esteja dentro de padrões considerados aceitáveis. Para alcançar este objetivo é aplicada a ciência da Estatística da Fratura.

Em linhas gerais, na produção de um produto cerâmico, os pós que os constituem são moídos, misturados e acrescidos com aditivos, por exemplo, aglomerantes e plastificantes, para auxiliar a sua conformação, compactação e sinterização. A matéria prima, ou pó cerâmico, é conformada em peças compactadas, também chamadas de peças verdes, em alusão a seu estado não tratado termicamente, que, posteriormente, são sinterizadas para alcançar dureza e densidade finais desejadas. Cada etapa tem o potencial para produzir falhas microestruturais indesejáveis na peça que, por sua vez, podem limitar suas propriedades,

confiabilidade e usinabilidade. Investigações científicas não estão focadas exclusivamente no material propriamente dito, mas também na sua transformação em pó e grânulos e nos estágios seguintes de obtenção da peça e de sua usinagem.

Para aplicações menos exigentes quanto à forma e acabamento, a sinterização é a última etapa do processamento cerâmico. Entretanto, diversas áreas da ciência ou aplicações tecnológicas necessitam de acabamento e tolerâncias dimensional e geométrica mais estreitas, assim como superfícies completamente livres de danos. Consequentemente, essas peças devem passar por outras fases de processamento após a sinterização, sobretudo para conferir-lhes geometrias complexas e fino acabamento. As demandas por melhores acabamentos superficiais e alta exatidão de componentes ópticos, elétricos e mecânicos estão crescendo, juntamente com a miniaturização dos produtos de alto desempenho, tais como: lentes, componentes eletrônicos de computadores, *smartphones*, sensores e micro e nano sistemas eletromecânicos (MEMS e NEMS).

Dentre os métodos disponíveis de remoção de material a usinagem abrasiva é a mais difundida na indústria por conciliar remoção, correção de forma e qualidade superficial de maneira economicamente viável para produção em larga escala. Embora amplamente disseminada, a usinagem no estado sinterizado é uma tarefa extremamente difícil por conta das excepcionais propriedades cerâmicas nesse estado, sobretudo: elevada dureza, alto módulo elástico, alto ponto de fusão e fragilidade que requerem ferramentas de corte superabrasivas, máquinas-ferramenta rígidas, profundidades micro e nanométricas de corte, assim como mão de obra qualificada. Na tecnologia abrasiva tradicional, o modo frágil é o principal mecanismo de remoção causado pela propagação de trincas laterais que favorecem o lascamento. Soma-se a isso, maiores taxas de remoção conseguida em relação ao corte abrasivo dúctil. Entretanto, ocorre também a geração de trincas longitudinais que, ao permanecerem no produto após a retificação, irão atuar, por exemplo, como concentradores de tensão que, em condições específicas, podem estimular a sua propagação subcrítica.

O principal desafio tecnológico da usinagem cerâmica é promover a remoção de material sem introduzir defeitos críticos que comprometerão o desempenho do componente. Portanto, o mecanismo de remoção pelo modo frágil deve ser evitado ou minimizado a fim de evitar-se, principalmente, a formação e propagação de trincas superficiais e subsuperficiais, mudanças microestruturais e tensão residual de tração. Para minimizar o surgimento e a evolução de trincas, a usinagem deve ser conduzida com critério, evitando ao máximo a introdução de tensão residual de tração em superfícies sujeitas à desestabilização de fase (envelhecimento).

A busca por peças de cerâmicas avançadas com superfícies funcionais necessita, por conseguinte, dos mais sofisticados processos de manufatura. Durante as três últimas décadas, pesquisadores têm procurado responder às demandas da indústria de máquinas-ferramenta e de processos de fabricação que necessitam de componentes mecânicos com tolerâncias geométrica e dimensional e acabamento na faixa dos nanômetros (bilionésima parte do metro, 10^{-9} m) ou, até mesmo, angstroms (10^{-10} m). Porém, estas características de qualidade são muito difíceis ou economicamente inviáveis de serem alcançadas através do encadeamento dos tradicionais processos abrasivos de retificação, lapidação e polimento.

O presente trabalho tem como hipótese a possibilidade de que a obtenção de superfícies de ultraprecisão (UP) em cerâmicas avançadas sem defeitos críticos seja possível pela combinação de máquina-ferramenta com cinemática e pressão de corte adequadas, ferramenta com afiação apropriada e lubrificação específica. Para comprovação desta hipótese, o projeto da lapidorretificadora Fiocchi foi evoluído visando à manufatura UP de cerâmicas avançadas, reunindo condições de remoção e acabamento em um único processo e equipamento automatizados. Foi selecionada como material de análise a zircônia 3Y-TZP que se desestabiliza em condições excludentes de remoção, por exemplo, excessiva pressão específica de corte e temperatura em ambiente úmido. Foram utilizados rebolos de carbeto de silício (SiC) de liga epóxi que permitiram variações nas características de dressagem com grau de recobrimento (U_d) e água como fluido de dressagem.

Na tentativa de satisfazer as novas necessidades da academia e da indústria por superfícies planas, pesquisadores têm agregado: a retificação de face à pressão constante, a cinemática da lapidação, as ferramentas de abrasivos fixos (abrasão dois corpos) e o rigoroso controle e monitoramento do estado de afiação do rebolo empregando alguma operação específica preliminar e/ou em processo contínuo durante a retificação. Alguns exemplos desses processos abrasivos especiais são: a nanorretificação, a lapidorretificação, a retificação e a lapidorretificação com dressagem eletrolítica em processo contínuo (ELID) e, no Brasil, a lapidorretificação com grau de recobrimento, distinguida como lapidorretificação U_d .

A manufatura UP, seja de aresta de corte definida ou não, todavia, encontra-se na fronteira da ciência que visa alcançar os melhores resultados com remoção em regime dúctil em uma única etapa ou processo. Dentre outros aspectos, a manufatura UP aborda os mecanismos de remoção de material frágil e duro, consequentemente de difícil usinagem, o conceito de retificação UP, seus diferentes processos e denominações.

O processo brasileiro de lapidorretificação U_d foi criado para atender às demandas por processos padrão-ouro como técnica acessível e econômica à indústria, principalmente a

brasileira, que emprega exclusivamente tecnologias estrangeiras para usinagem UP daqueles materiais.

Produtos de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) têm notório interesse em superfícies funcionais, onde são requeridas boas propriedades mecânicas e tribológicas. A 3Y-TZP, empregada em condições específicas apresenta um fenômeno complexo de crescimento subcrítico de trincas definido, dentre outras denominações, como corrosão sob tensão. Este mecanismo promove a mudança da estrutura cristalina de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) quando a cerâmica está submetida à tensão e/ou temperatura, principalmente na presença de água. A transformação martensítica gera expansão volumétrica dos grãos, promovendo a geração e a propagação de trincas e influenciando, por conseguinte, o mecanismo de remoção de material.

Existe a preocupação de que produtos de 3Y-TZP sofram a indesejada desestabilização de fase em condições subdimensionadas, mesmo sem a aplicação de tensão. Em condições de carregamento externo, seja durante a sua manufatura ou em condições de aplicação do produto, essa desestabilização pode acontecer. Neste contexto, a transformação também pode ser desencadeada por esforços e temperaturas do processo de usinagem. A presença de fluido de corte de base aquosa pode acentuar este fenômeno de desestabilização. O controle desse acontecimento microestrutural faz da 3Y-TZP um material-chave na avaliação da usinagem UP, permitindo seu estudo científico por meio da qualificação e quantificação da transformação martensítica.

1.1 Objetivos do trabalho

Dentro deste contexto, o principal objetivo desta tese de doutoramento foi estudar a manufatura UP de discos planos delgados de zircônia tetragonal policristalina, estabilizada com ítria (TZ-3Y-E) com face usinada, por meio do processo abrasivo de ultraprecisão de lapidoretificação U_d com rebolos convencionais de SiC. Este processo de manufatura UP deveria ainda ser econômico, flexível, automatizado, dotado de parâmetros de controle eficazes e capaz de produzir os melhores resultados de acabamento (tolerâncias dimensional, geométrica e de rugosidade) sem, contudo, introduzir defeitos superficiais significativos que afetem o desenvolvimento mecânico do produto.

Os objetivos secundários compreendem a execução e discussão das técnicas de obtenção dos corpos de prova de zircônia, uma vez que estas têm influência direta no processo de usinagem. Eles incluíram ainda o direcionamento do projeto da

lapidorretificadora para uso na usinagem cerâmica de ultraprecisão e, para tanto, o desenvolvimento de sistemas de controle da máquina e do processo abrasivo, técnica de fixação da peça cerâmica e o projeto do cabeçote foram evoluídos.

1.2 Estrutura do trabalho

Esta tese de doutoramento está estruturada da seguinte forma: o Capítulo 1 apresenta a Introdução do trabalho e os objetivos principais e secundários desenvolvidos no estudo. O Capítulo 2 traz uma vasta Revisão Bibliográfica para alicerçar a pesquisa e fundamentar as análises críticas defendidas, abordando: os materiais cerâmicos, sua fabricação, propriedades e especificidades; a manufatura de ultraprecisão; os principais processos abrasivos de acabamento e a caracterização cerâmica. O Capítulo 3 reporta o Material e Métodos utilizados. O Capítulo 4 descreve os Resultados e Discussão. No Capítulo 5 são apresentadas as Conclusões gerais observadas neste trabalho. Finalmente, no Capítulo 6, são propostas as Sugestões para Trabalhos Futuros. As Bibliografias consultadas e referenciadas, assim como três Apêndices, finalizam o trabalho.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Objetivando o estudo avançado da tecnologia e da ciência da manufatura cerâmica de ultraprecisão, foram reunidos os principais conceitos da cadeia produtiva das cerâmicas avançadas. Partindo da matéria prima até o produto acabado, são apresentadas definições das cerâmicas, suas propriedades mecânicas e os principais aspectos da sua usinagem visando o modo dúctil de remoção no âmbito da retificação de ultraprecisão, culminando com algumas técnicas de caracterização superficial que garantem a confiabilidade desses produtos nas mais severas aplicações. A interação destes universos é apresentada a seguir.

2.1 Material cerâmico

Definir o significado do substantivo “cerâmica” não é de forma alguma uma tarefa fácil, além disso, não há uma definição única com a qual todos os pesquisadores concordem.

A ciência dos materiais adota uma classificação dividida nos grupos dos (1) materiais orgânicos, (2) inorgânicos e materiais metálicos e (3) inorgânicos e materiais não-metálicos. O conceito de compostos ou compósitos cerâmicos é muito amplo aqui, como é também sinônimo da terceira categoria de materiais (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A engenharia de materiais é uma ciência da engenharia e, portanto, considera não apenas a composição química, estrutura e propriedades dos sólidos, mas também seus métodos de fabricação. Dessa forma, Boch e Nièpce (2007) sugerem a subdivisão de cada um dos três grupos defendidos pela ciência dos materiais em mais dois sub-grupos, separando os materiais naturais dos sintéticos.

No *Dictionary of Ceramic Science and Engineering* (O'BANNON, 1984) encontra-se uma definição bastante restritiva de cerâmicas: “Todo produto inorgânico ou não-metálico preparado por tratamento térmico acima de 540 °C ou utilizado em condições que implicam essas temperaturas, incluindo óxidos metálicos, boretos, carbonetos, nitretos e misturas destes compostos”.

Na *Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials* (BROOK, 1990), que segundo Boch e Nièpce (2007) apresenta o ponto de vista europeu, é possível distinguir materiais e processos, sendo os materiais cerâmicos baseados em compostos não-metálicos inorgânicos, com exceção do carbono (RAHAMAN, 2005), principalmente óxidos, mas também nitretos, carbonetos e silicatos. Esses materiais exibem um comportamento frágil,

com curva tensão-deformação que obedece a lei de Hooke. Os processos cerâmicos, por sua vez, utilizam principalmente a sinterização em temperaturas superiores a 800 °C.

Segundo Boch e Nièpce (2007), materiais cerâmicos são materiais sintéticos, essencialmente compostos por fases inorgânicas iônica-covalente, não totalmente amorfa e, geralmente, consolidada pela sinterização a altas temperaturas de um compactado pulvurento moldado no formato do objeto desejado, o pó de partida sendo frequentemente preparado de rochas trituradas. Os pesquisadores também defendem que não é imperativo definir um limiar para a temperatura de sinterização.

Físicos do estado sólido como Kittel¹ (1998 *apud* BOCH e NIÈPCE, 2007) são particularmente interessados na estrutura eletrônica e suas propriedades condutoras. A classificação dos sólidos, portanto, é feita em três níveis: isolantes, semicondutores e condutores, que englobam também os supercondutores. O termo cerâmica é raramente empregado, mas quando utilizado refere-se a óxidos condutores ou isolantes.

Químicos do estado sólido como Wells (1984), Jaffe (1988) e West (1990) atribuem especial importância para a natureza da força de ligação atômica, distinguindo três tipos de ligações fortes; metálica, iônica e covalente, e diversas variantes de ligações fracas, *Van der Waals*, por exemplo. Cerâmicas são, assim, sólidos com ligações essencialmente iônicas e/ou covalentes. Kittel¹ (1998 *apud* BOCH e NIÈPCE, 2007) afirma que os químicos do estado sólido utilizam o termo cerâmica para materiais policristalinos, em oposição aos monocristais e vidros amorfos.

O setor cerâmico é amplo e heterogêneo o que induz a dividi-lo em subsetores ou segmentos em função de diversos fatores como matérias primas, propriedades e áreas de utilização. Dessa forma, a Associação Brasileira de Cerâmica (ABC) sugere a classificação entre (a) cerâmica vermelha, (b) materiais de revestimento, (c) cerâmica branca, (d) materiais refratários, (e) isolantes térmicos, (f) fritas e corantes, (g) abrasivos, (h) vidro, cimento e cal e (i) cerâmica de alta tecnologia.

Este último, também encontrados na literatura como cerâmica avançada, fina, estrutural, funcional ou de engenharia, é o resultado do aprofundamento dos conhecimentos da ciência dos materiais, proporcionado ao homem o desenvolvimento de novas tecnologias e aprimoramento das existentes nas mais diferentes áreas, como aeroespacial, eletrônica, nuclear e muitas outras e que passaram a exigir materiais com qualidade excepcionalmente elevada (ABC).

¹ KITTEL, C. (1998). **Physique de l'état solide**. 7.ed. Dunod.

As cerâmicas avançadas passaram a ser desenvolvidas a partir de matérias-primas sintéticas de altíssima pureza e por meio de processos rigorosamente controlados. Esses produtos, que podem apresentar os mais diferentes formatos, são fabricados pelo chamado segmento cerâmico de alta tecnologia ou cerâmica avançada. São classificados, de acordo com suas funções, em: eletroeletrônicos, magnéticos, ópticos, químicos, térmicos, mecânicos, biológicos e nucleares. Os produtos deste segmento são de uso intenso e a cada dia tendem a se ampliar. Dentre outros, ressaltam-se componentes para naves espaciais, satélites, usinas nucleares, implantes ortopédicos e odontológicos, aparelhos de som e de vídeo, suporte de catalisadores para automóveis, sensores (umidade, gases e outros), ferramentas de corte, brinquedos e acendedor de fogão (ABC), motores cerâmicos, (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991; CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLE, 2007), selos mecânicos, válvulas misturadoras, bicos de pulverização, pistas e elementos rolantes de rolamentos, trefilas e lentes são exemplos de produtos mostrados na Figura 2.1 (INSACO, 2013).

Figura 2.1 – Exemplo de produtos cerâmicos (INSACO, 2013).

Nas cerâmicas avançadas, bem como em metais, pesquisadores estão preocupados com dois tipos de estruturas, as quais têm efeitos profundos sobre as propriedades. O primeiro

tipo de estrutura é na escala atômica: o tipo de ligação e a estrutura cristalina e amorfa. Entretanto, o segundo tipo explora uma escala maior, como a microestrutura, que se refere à natureza, quantidade, morfologia e distribuição dos grãos e poros e das fases na cerâmica (por exemplo, fases cristalinas, fases vítreas e porosidade).

De acordo com Callister (2000) e Rahaman (2005) é de extrema importância distinguir entre as propriedades intrínsecas de um material e as propriedades que dependem da microestrutura. As propriedades intrínsecas são determinadas pela estrutura na escala atômica e são propriedades que não são susceptíveis a mudança significativa por alteração da microestrutura, propriedades tais como o ponto de fusão, o módulo de elasticidade, bem como se o material é frágil, magnético, ferroelétrico ou semicondutor. Em contraste, muitas das propriedades críticas para as aplicações de engenharia de materiais são fortemente dependentes da microestrutura (resistência mecânica, constante dielétrica e condutividade elétrica). Intrinsecamente, a maioria das cerâmicas tem elevado ponto de fusão e, portanto, geralmente são descritas como refratárias.

Essas cerâmicas, empregadas na engenharia, apresentam várias propriedades positivas, como alta resistência ao desgaste e a temperatura, estabilidade química e densidade inferior aos metais de engenharia (SCHELER, 1994; CALLISTER, 2000; ARGAWAL e RAO, 2008; JANSSEN, SCHEPPOKAT e CLAUSSEN, 2008;).

Geralmente, para uma determinada aplicação um atributo pode ser mais relevante, mas de fato, todas as características devem ser consideradas, pois o produto final contempla um somatório de propriedades.

2.1.1 Propriedades mecânicas das cerâmicas

Dureza e fragilidade são duas propriedades fundamentais na descrição de uma cerâmica que contribuem para a sua originalidade e sua especificidade, entretanto, são também a causa raiz de suas deficiências. As cerâmicas são duras, geralmente com dureza superior a 1000 HV (*Hardness Vickers*) e, portanto, de manufatura muito difícil e dispendiosa. Além disso, possuem baixa resistência ao impacto (ZANOTO e MIGLIORE, 1991), e geralmente tenacidade à fratura, K_{Ic} , inferior a $10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Uma das razões porque os materiais cerâmicos não são empregados mais amplamente em engenharia com fins estruturais está relacionado à sua fratura frágil (ARGAWAL e RAO, 2008). Zanotto e Migliore (1991) e Argawal e Rao (2008) afirmam que

embora o comportamento mecânico dos materiais cerâmicos seja, em diversos aspectos, superior ao de outros materiais, algumas características são restritivas. Estes materiais normalmente não apresentam deformação plástica apreciável antes da ruptura, isto é, sua tenacidade é reduzida. Além disso, é comum encontrar grandes variações da resistência à fratura em peças de um mesmo lote (SATO, BESSHI e MATSUI, 1998), podendo ocorrer que a resistência máxima seja o dobro da mínima.

A busca por soluções para tornar mínimo os problemas mencionados acima, isto é, o aumento da tenacidade, a minimização da variação estatística da resistência mecânica e da fadiga estática, além da diferença entre os valores de resistência à ruptura real com a altíssima resistência teórica, em torno de 100 vezes da encontrada experimentalmente, tornam essa área extremamente atrativa para pesquisar (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

Geralmente, os materiais cerâmicos falham de maneira frágil, com desprezível deformação plástica (ARGAWAL e RAO, 2008). Materiais não cristalinos, tais como a fase vítrea integrante da maioria das cerâmicas, são frágeis abaixo da temperatura de amolecimento e a aparência da superfície fraturada é chamada de conchoidal. À temperatura ambiente, a fratura frágil tende a ocorrer por clivagem sobre planos cristalográficos particulares, portanto de forma intragranular. Em altas temperaturas, há maior tendência da fratura intergranular (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991). De maneira geral, a fratura ocorre de forma intra e intergranular simultaneamente (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991; XU e JAHANMIR, 1995b; XU, JAHANMIR e IVES, 1996; COSTA, PANDOLFELLI e MELLO, 1997).

A Tabela 2.1 apresenta a tensão de ruptura, σ_r , e o módulo de elasticidade, E, de alguns materiais cerâmicos.

Tabela 2.1 – Tensão de ruptura e módulo de elasticidade de alguns materiais cerâmicos.

Material	Porosidade (%)	σ_r (MPa)	E (GPa)
SiC	5	500	470
Al ₂ O ₃ 99,9%	5	350	370
ZrO ₂ -c	5	80	150
BN – HP	5	400	80
Pyrex	0	60	60
Steatita	0	130	60
Tijolo Magnesita	-	30	20
Tijolo fire-clay	-	5	10

Fonte: ZANOTTO e MIGLIORE, 1991.

onde b e c são os semieixos da elipse e $Q = b^2/c$ é o raio de curvatura da extremidade A. Para valores muito pequenos de b tem-se uma boa aproximação de uma trinca e, portanto, se $Q \ll c$ a Equação 2.1 torna-se:

$$\sigma_{\max} \approx 2\sigma \left(\frac{c}{Q} \right)^{1/2} \quad (2.2)$$

Para trincas de dimensões finitas, por exemplo, quando $c = 10b$, substituindo-se esses valores na Equação 2.1, a tensão máxima pode ser avaliada como vinte e uma vezes superior à tensão de tração da amostra ($\sigma_{\max} = 21\sigma$).

Segundo Griffith (1920), a propagação de uma trinca ocorre quando o decréscimo na energia elástica excede o aumento de energia superficial associado à formação de novas superfícies. Dessa forma, o critério de Griffith para a determinação da tensão necessária para uma trinca se propagar, σ_r , na condição apresentada na Figura 2.2 pode ser expressa por:

$$\sigma_r = \left(\frac{2E\gamma}{\pi c} \right)^{1/2}, \quad (2.3)$$

onde γ é a energia de fratura.

O critério de Griffith só pode ser aplicado a falhas muito estreitas, de curvatura máxima na extremidade da falha igual a 2,5 vezes a distância interatômica, a_0 .

Por outro lado, o critério de Irwin considera que a ruptura ocorre quando $\sigma_{\max}$ da Equação 2.2 for igual a tensão teórica para separação simultânea de duas superfícies, portanto:

$$\sigma_r = \left(\frac{E\gamma Q}{4a_0 c} \right)^{1/2} \quad (2.4)$$

2.1.1.1 Mecânica da fratura

A previsão da velocidade de propagação de trincas e da variação da resistência mecânica com o tempo é o objetivo da mecânica de fratura que, dentre outros aspectos, visa formas de separar as propriedades intrínsecas do material da distribuição de falhas na estrutura em decorrência de tensões e deformações em trincas estacionárias ou dinâmicas (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

A energia elástica liberada na fratura pode ser parcialmente convertida em deformação plástica, além de calor e som. Este último tipo de energia vem sendo vastamente estudado pela técnica da emissão acústica (EA) para monitoramento de processos de manufatura de materiais frágeis (OLIVIEIRA e DORNFELD, 1994 e 2001; LEE *et al.*, 2006).

O “fator crítico de intensidade de tensão”, K_C , pode ser definido em função da “energia efetiva para iniciar a fratura”, γ_i , de acordo com a relação:

$$K_C = (2E\gamma_i)^{1/2} \quad (2.5)$$

Para trincas abrindo sob influência de tensões de tração perpendiculares ao seu comprimento (modo I de abertura de trincas mostrado na Figura 2.3), K_C é simbolizado por K_{IC} , cujo significado é a resistência intrínseca do material à propagação de trincas ($MPa\sqrt{m}$), ou tenacidade à fratura (Equação 2.6).

$$K_{IC} = \frac{Y}{Z} \sigma_f c^{1/2}, \quad (2.6)$$

onde Y é um fator dependente dos tamanhos relativos da falha e da amostra. Y depende da forma da falha e c representa o semi-comprimento da falha crítica.

Figura 2.3 – Modos de abertura de uma trinca submetida a (Modo I) tração, (Modo II) cisalhamento e (Modo III) torção (SUN e JIN, 2012).

O produto $\sigma_f c^{1/2}$ é definido como fator de intensidade de tensão e é uma medida de amplificação da tensão aplicada devido à presença de um defeito.

Segundo Zanotto e Migliore (1991), a resistência à fratura é determinada por dois parâmetros: (1) a energia específica de fratura, γ_i , que é uma propriedade do material sem defeitos e depende levemente de parâmetros microestruturais, por exemplo, tamanho de grão e (2) o tamanho do defeito crítico, que é uma característica microestrutural relacionada ao processamento do material.

Sob uma tensão aplicada σ , um fator de intensidade de tensão, K_{Ii} , atua nas extremidades de cada microdefeito, dado por:

$$K_{Ii} = \frac{Y}{Z} \sigma c_i^{1/2}, \quad (2.7)$$

onde c_i é o tamanho de defeito em questão. Uma carga crescente aumenta os valores locais de K_{Ii} até que um deles atinja o valor crítico K_{IC} do material e a peça se rompe catastroficamente.

Quando a energia superficial na equação de Griffith (Equação 2.3) é avaliada de estudos de fratura com materiais contendo defeitos ou trincas de tamanho conhecido, introduzidos intencionalmente, resultados diferentes da expectativa são observados.

O tamanho da “zona de processo”, P_Z , de acordo com Zanotto e Migliore (1991), ao redor da ponta da trinca, onde ocorre deformação plástica, escorregamento de grãos e dissipação de calor, pode ser estimado pela seguinte expressão:

$$P_Z = \frac{\pi}{8} \left(\frac{K_{IC}}{\sigma_r} \right)^2 \quad (2.8)$$

A tenacidade à fratura (K_{IC}) também pode ser quantificada, em $MPa\sqrt{m}$, pela técnica da indentação, na qual trincas são induzidas na superfície da amostra por meio da aplicação de carga com um indentador de geometria conhecida, por exemplo, indentador piramidal (indentação Vickers) ou esférico (indentação Hertziana). A técnica relaciona principalmente o comprimento, o tipo e a forma da trinca ao redor da indentação em resposta ao campo de tensão produzido por uma carga (EVANS, 1979; NIIHARA *et al.*, 1983; ANYA e ROBERTS, 1996).

A microindentação oferece um método para compreender a dureza e resistência à fratura de materiais cerâmicos frágeis. Indentações além de uma carga crítica, particularmente em materiais puramente frágeis, tendem a desenvolver trincas radiais devido à tensão de tração residual durante o ciclo de descarregamento da indentação. Os comprimentos da trinca assim criados são aplicados às relações semiempíricas para estabelecer a tenacidade à fratura do material (JAMIE e RITCHIE, 2003; VENKATARAMAN e KRISHNAMURTHY, 2006).

Embora este método de estimativa da tenacidade à fratura tenha estado em voga há alguns anos, sua eficácia é questionável e os resultados são de 60 a 75% fidedignos (ANSTIS

et al., 1981; BIRAST e ROBERTS, 2000; VENKATARAMAN e KRISHNAMURTHY, 2006).

Porém, os ensaios de indentação e riscamento com ponta única são muito utilizados nas engenharias para representar fisicamente e matematicamente a interface entre o abrasivo e a superfície da peça durante os processos de usinagem por abrasão, de modo que a indentação é fundamental não só para a caracterização das propriedades mecânicas, mas também para o entendimento dos mecanismos de remoção em materiais cerâmicos e para avaliações diferenciais em um mesmo estudo (XU, PADTURE e JAHANMIR, 1995).

Xu, Padture e Jahanmir (1995) observaram notável semelhança entre os padrões de dano produzidos por ensaios de riscamento e retificação executados em dois grupos de peças de carbetto de silício (SiC), sendo um de microestrutura de grãos finos e outro de grãos grosseiros. Embora o riscamento produza dano mais severo que a retificação, a natureza do dano subsuperficial em ambas as técnicas é igual.

Pesquisadores têm demonstrado que peças cerâmicas manufaturadas identicamente podem exibir grandes variações de resistência à ruptura, especialmente para peças de pequenas dimensões (WEIBULL, 1939).

Quando esses materiais são empregados em situações de solicitação mecânica, o projetista deve assegurar que a probabilidade de ruptura seja aceitavelmente baixa, sendo a estatística de fratura a ferramenta matemática para se alcançar esse objetivo (CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007). Estas situações são agravadas, principalmente, no caso de componentes aeroespaciais e próteses médicas.

Tipicamente, baseado em dados de laboratório obtidos com um número limitado de corpos de prova carregados sob flexão, o projetista deve calcular a probabilidade de fratura para componentes estruturais de diferentes tamanhos e geometrias submetidos à situações complexas de carregamento (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

A primeira contribuição extraordinária ao assunto foi feita por Weibull (1939), que explorou a analogia entre uma estrutura frágil tracionada e uma corrente que se rompe quando a resistência de seu elo mais fraco é excedida. Quando uma trinca é carregada na direção normal ao seu plano, a fratura de uma fibra ou o crescimento de uma trinca são similares à ruptura de uma corrente pelo seu elo mais fraco. Por outro lado, por exemplo em compressão pura, uma trinca pode crescer em uma direção que impeça o seu desenvolvimento (*crack arrest*) e, nesse caso, a ruptura ocorre pelo dano progressivo e a teoria do elo mais fraco não se aplica.

O efeito do tamanho da amostra na resistência é devido à variação do tamanho do defeito mais severo quando as dimensões da amostra são aumentadas. Para uma probabilidade de fratura constante, por exemplo 0,5, a relação entre tamanho e tensão média de ruptura na tração simples é:

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{L_2}{L_1} \right)^{1/m}, \quad (2.9)$$

onde L_1 e L_2 representam comprimento ou área ou volume.

Os valores observados de parâmetros de Weibull, m , para uma vasta gama de materiais cerâmicos, incluindo vidros, dependem fortemente do processamento, inclusões e do grau de acabamento superficial. Tipicamente, os valores estão entre 3 e 15 exclusivos, significando que um material com $m = 15$ apresenta espalhamento de valores de resistência muito menor que um material com $m = 3$ (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

2.1.1.2 Crescimento subcrítico de trincas

O crescimento subcrítico de trincas é um evento complexo em materiais cerâmicos e possui diferentes abordagens e nomenclaturas na literatura. Wiederhorn e Bolz (1970) e Zanotto e Migliore (1991) chamam de fadiga estática (*static fatigue*); Rehbinder e Shchukin (1972) e Boch e Nièpce (2007) utilizam o termo corrosão sob tensão (*corrosion under stress*); Chevalier, Gremillard e Deville (2007) chamam de degradação a baixa temperatura (*low temperature degradation, LTD*) ou envelhecimento (*aging*); Callister (2000) e Suryanarayana (2001) empregam os termos propagação de trinca por corrosão sob tensão (*stress corrosion cracking*) e fadiga por corrosão (*corrosion fatigue*); Sikalidis (2011) e Wiederhorn (1967) se referem ao fenômeno como corrosão sob tensão (*stress corrosion*).

O fenômeno era suspeitado desde o início do século XX quando se observou a dependência da resistência à fratura de vidros com a taxa de aplicação de carga ou com o período de tempo em que a peça ficava tensionada, o que gera diminuição da resistência mecânica ao longo do tempo (KOBAYASHI, KUWAJIMA e MASAKI, 1981; ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

Foi a partir da teoria proposta por Charles e Hillig (1962), sugerindo que a fadiga estática resulta de uma reação química fortemente dependente do nível de tensão entre o vapor de água e a superfície do vidro, que esse comportamento começou a ser compreendido.

Para cerâmicas de zircônia policristalina tetragonal estabilizada com ítria (Y-TZP) o fenômeno foi inicialmente estudado por Yoshimura *et al.* (1987) após os achados de Kobayashi, Kuwajima e Masaki (1981), que descobriram uma séria limitação das cerâmicas Y-TZP primeiro para aplicações próximas a 250 °C.

Depois de mais de 25 anos de pesquisa, o mecanismo exato ainda está em discussão. O aumento das tensões internas associados à penetração de moléculas de água no interior da rede cristalina (ou célula unitária) favorece o início da transformação (YOSHIMURA *et al.* (1987). Uma cascata de eventos então ocorre. Transformação e propagação primeiro dentro de um grão (DEVILLE e CHEVALIER, 2003) e, em seguida, invadindo a superfície pelo mecanismo de nucleação e crescimento (NG) (CHEVALIER, CALES e DROUIN, 1999) e, para casos severos, o interior do corpo cerâmico (LILLEY, 1990).

Nas extremidades das falhas há maior nível de tensão e, por conseguinte, maior é a velocidade de reação. Assim sendo, em um experimento de fadiga estática, o tempo transcorrido até a ruptura é o tempo requerido para a trinca crescer de subcrítica até o tamanho crítico proposto por Griffith (1920).

Fortulan (2010) explica que esse fenômeno está de certa forma presente no cotidiano das pessoas. Sabe-se que não se deve andar em telhados cerâmicos porosos molhados, pois estes se quebram mais facilmente do que quando secos. O que não é de conhecimento de todos é que o fenômeno responsável por essa fragilização é a corrosão sob tensão (informação verbal)¹.

O mecanismo de envelhecimento da zircônia pode ser benéfico, como será mostrado no item 2.1.1.3, ou maléfico devido à propagação de trincas que pode culminar com a falha catastrófica do produto, por exemplo, um implante de cabeça de fêmur (CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

O mecanismo de transformação da fase tetragonal para a monoclinica ($t \rightarrow m$) é de natureza martensítica, envolvendo processos físico-químicos e micromecânicos. Uma transformação martensítica é uma "mudança na estrutura cristalina...que é atômico, sem difusão e envolve simultaneamente, o movimento cooperativo de átomos em distâncias inferiores ao diâmetro atômico, de modo a resultar numa alteração macroscópica de forma em regiões transformadas" Kelly e Rose² (2002 *apud* CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

² KELLY, P.M.; ROSE, L.R.F. (2002). The martensitic transformation in ceramics: its role in transformation toughening. **Progress in Materials Science**, v.47, n.5, p.463-557.

Uma consequência da natureza sem difusão da transformação martensítica é a existência de correspondências cristalográficas entre a fase predecessora e a fase resultante, descrito por planos habituais (*habit planes*) e direções (deformação de forma - *shape strain*), como mostrado esquematicamente na Figura 2.4.

A transformação de tetragonal para monoclinica ocorre a aproximadamente 950 °C (M_s) no resfriamento de zircônia pura e é acompanhada por uma amplitude de tensão de cisalhamento ao redor de 16% e uma expansão volumétrica de aproximadamente 5%. A transformação é reversível e ocorre perto de 1150 °C (A_s) no aquecimento.

Figura 2.4 – (a) Esquema da transformação martensítica de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$) mostrando os planos usuais de geminação e deformação de forma. (b) Arranjo simples da transformação $t \rightarrow m$ quando a superfície livre corresponde a (001)t. A topografia da superfície é observada por microscopia de força atômica (MFA)
(Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

De acordo com Chevalier, Gremillard e Deviller (2007), Lange (1982) foi o primeiro a descrever a termodinâmica da transformação $t \rightarrow m$ na zircônia, considerando o caso ideal de partículas tetragonais esféricas na matriz cerâmica. A variação da energia total livre (ΔG_{t-m}) devido à transformação é dada por:

$$\Delta G_{t-m} = \Delta G_c + \Delta U_{SE} + \Delta U_S, \quad (2.10)$$

onde ΔG_c (<0 quando a temperatura $< \approx 950^\circ\text{C}$) é a **energia química livre** (dependente da temperatura e composição química), ΔU_{SE} (>0) é a **energia de deformação** associada as partículas transformadas (depende da vizinhança da matriz, tamanho e forma da partícula e da presença de tensões) e ΔU_s (>0) é a **mudança na energia** associada a superfície da partícula (criação de novas interfaces e microtrincamento).

Por meio da diminuição no $|\Delta G_c|$ e o aumento em ΔU_{SE} , a adição óxidos de liga, por exemplo, Y_2O_3 em Y-TZP, diminui a força motriz da transformação $t \rightarrow m$ e, portanto, sua temperatura, conforme mostrado no diagrama de fase $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ da Figura 2.5 (SCOTT¹, 1975; FABRICHNAYA e ALDINGER², 2004 *apud* CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

Figura 2.5 – Diagrama de fase $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$. Fases metaestáveis retidas à temperatura ambiente são indicadas logo acima do eixo horizontal. As linhas tracejadas mostram a transição de não-equilíbrio tetragonal-monoclínica e cúbica-tetragonal

(Adaptado de SCOTT, 1975 e CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

¹ SCOTT, H.G. (1975). Phase relationships in the zirconia-ytria system. *Journal of Materials Science*, v.10, n.9, p.1527-1535.

² FABRICHNAYA O.; ALDINGER, F. (2004). Assessment of thermodynamic parameters in the system $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$. *Zeitschrift für Metallkunde*, v.95, p.27-39.

Para a presença de Y_2O_3 acima de 2 mol%, o diagrama de fase da Figura 2.5 mostra que é possível a retenção metaestável de partículas tetragonais em corpos densos à temperatura ambiente. ΔU_{SE} está diretamente relacionado ao módulo da matriz circundante (elevado módulo da matriz aumenta ΔU_{SE} , estabilizando a fase t). ΔU_{SE} também é diretamente influenciado por tensões internas ou aplicadas externamente (tensões de tração promovem redução de ΔU_{SE} , desestabilizando a fase t) (SCOTT¹, 1975; FABRICHNAYA e ALDINGER², 2004 *apud* CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

O envelhecimento ocorre experimentalmente em amostras de zircônia, principalmente em ambiente úmido ou em presença de água líquida. Vários modelos foram propostos para tentar explicar como a presença de água pode promover a transformação $t \rightarrow m$ na zircônia.

Segundo Lange, Dunlop e Davis¹ (1986 *apud* CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007), os primeiros modelos fundamentados na reação entre H_2O e Y_2O_3 foram descartados e o papel fundamental das tensões internas associadas à difusão de água no látice da zircônia foram demonstrados por Yoshimura *et al.* (1987) e Schubert e Frey (2005).

Vários resultados experimentais mostram que moléculas de água, de fato, se deformam e penetram no interior da estrutura da zircônia durante a exposição à umidade. Muito provavelmente, o oxigênio da água ocupa as vacâncias de oxigênio e o hidrogênio ocupa os interstícios adjacentes (SCHUBERT e FREY, 2005). Isso enfatiza o papel principal das vacâncias de oxigênio inicialmente presentes na zircônia, segundo Bartolomé² *et al.* (2004 *apud* CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

Schubert e Frey (2005) afirmam que a presença de várias vacâncias devido ao caráter trivalente do ítrio (Y^{+3}) faz com que a taxa de difusão de espécies a partir da água seja mais elevada do que em outras cerâmicas de zircônia (por exemplo, ZrO_2 - CeO_2). Os pesquisadores afirmam que a penetração de radicais de águas conduz a uma contração do parâmetro de rede, resultando na formação de tensões de tração na superfície dos grãos que desestabilizam a fase t pela redução do ΔU_{SE} da Equação 2.10. Consequentemente, a transformação martensítica dos grãos, ou parte dos grãos, na superfície pode então prosseguir.

¹ LANGE, F.F.; DUNLOP, G.L.; DAVIS, B.I. (1986). Degradation during aging of transformation: toughened ZrO_2 - Y_2O_3 materials at 250 °C. Journal of American Ceramic Society, v.69, n.3, p.237-40.

² BARTOLOMÉ, J.F. et al. (2004). Accelerated aging in 3-mol%-yttria-stabilized tetragonal zirconia ceramics sintered in reducing conditions. Journal of the American Ceramic Society, v.87, n.12, p.2282-2285.

Figura 2.6 – Descrição da transformação tetragonal para monoclinica em diferentes etapas com técnicas distintas. (gráfico central) Evolução da fração monoclinica versus tempo medida por difração de raios x juntamente com modelos analítico e numérico. (Canto superior esquerdo) Estágio inicial da transformação observado por microscopia de força atômica - a transformação se inicia no contorno de grão e se propaga para o resto dele. (inferior) Processo de nucleação e crescimento observado por interferometria óptica – as áreas circuladas indicam pontos monoclinicos. (lado direito) Crescimento para dentro do corpo observado por microscopia eletrônica de varredura da seção transversal (Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

Em termos estruturais, todas as interfaces entre os planos cristalográficos sujeitos a mudança são do tipo $\{100\}_t$ ou $\{110\}_t$ e sofrem alongação na direção $[001]_t$. Para essa configuração particular, toda a expansão de volume ocorre para fora da superfície e não há geração de tensão no interior do volume.

Por conseguinte, ocorre aumento da tensão de tração na fase t que circunda a zona transformada, acelerando a transformação pelo mecanismo *near-to-near* (Figura 2.6).

A Figura 2.6 enfatiza, segundo Schmauder e Schubert (1986), o fato de que a transformação se inicia principalmente no contorno de grão, local no qual as tensões residuais de tração são mais intensas. Além disso, para um dado grão, a transformação não ocorre simultaneamente em todo seu volume, mas progressivamente com o aumento do estado de

tensão devido ao ataque de água e outros focos de transformação. A camada transformada se apresenta mais rugosa devido às microtrincas geradas pelo envelhecimento como consequência da extensa remoção de material durante a operação de polimento.

De acordo com Lilley (1990) e Deville, Guénin e Chevalier (2004a, 2004b), a entrada de água no interior do corpo cerâmico é facilitada pela formação de microtrincas nos contornos de grãos em resposta as tensões de tração geradas na transformação $t \rightarrow m$.

Entretanto, a transformação não fica restrita ao grão, se estendendo pela superfície da Y-TZP pelo processo de nucleação e crescimento (*nucleation-and-growth*). Após a transformação do grão (nucleação), a extensão da reação ocorre não só ao acaso sobre a superfície, mas também, preferencialmente, sobre os grãos vizinhos (crescimento), conforme apresentado na Figura 2.7 (SCHMAUDER e SCHUBERT, 1986; CHEVALIER, CALES e DROUIN, 1999).

Figura 2.7 – Microscopia de força atômica (MFA) mostrando as ripas martensíticas cruzando o contorno de grão. As linhas tracejadas indicam a interface entre variações monoclinicas que estão crescendo no grão vizinho através do contorno de grão (linha branca tracejada)
(Adaptado de CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

A nucleação ocorre nos grãos mais instáveis (menor Y_2O_3 e/ou maior tamanho e/ou maior tensão interna) sujeitos as maiores tensões de tração (seja interna ou aplicada). O número de núcleos aumenta continuamente com a tensão devido à penetração de água. Ao mesmo tempo, o crescimento ocorre por causa da transformação de um grão que sujeita sua vizinhança a tensões de tração, favorecendo suas transformações sob o efeito da difusão de espécies de água (CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

É aceito que o gatilho da transformação $t \rightarrow m$, segundo Schubert e Frey (2005), é a tensão de tração microscópica no grão. Todavia, tensões de tração macroscópicas podem produzir o mesmo efeito (LI *et al.*, 2001; DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006). Portanto, a usinagem deve ser empregada com critério para evitar o surgimento de tensão residual de tração em superfícies sujeitas ao envelhecimento (Figura 2.8).

Figura 2.8 – Microscopia de força atômica da superfície parcialmente transformada, mostrando a transformação preferencial na vizinhança do risco do polimento (áreas mais claras). O gráfico representa o perfil perpendicular ao risco
(Adaptado de DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006).

O polimento de semiacabamento (diamante com diâmetro médio do abrasivo, $D_m = 6 \mu\text{m}$) produz uma camada superficial de tensão compressiva benéfica para a resistência ao envelhecimento (Figura 2.9b), enquanto o polimento de acabamento ($D_m = 1 \mu\text{m}$) produz nucleação da transformação preferencialmente em torno de riscos (Figuras 2.8 e 2.9a) devido as tensões residuais de tração provindas do dano elastoplástico. Quando um tratamento térmico de 2 h a 1200°C é aplicado para relaxar as tensões residuais, todas as superfícies exibem a mesma sensibilidade ao envelhecimento. Estes resultados demonstram que a rugosidade por si só não pode ser utilizada para garantir estabilidade em longo prazo. A variação da sensibilidade ao envelhecimento está de fato relacionada indiretamente com a rugosidade, através do estado de tensão superficial induzido (DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006).

Figura 2.9 – (a) Representação esquemática da seção transversal com abrasivos de granulometria de 1 ou 3 μm e (b) mesma representação para alta densidade de riscos e granulometria do abrasivo de 6 μm (Adaptado de DEVILLE, CHEVALIER e GREMILLARD, 2006).

Sabendo que a *LTD* é acelerada em microestrutura de grãos grosseiros, baixa densidade e fração cúbica-tetragonal, as condições de sinterização também devem ser customizadas para evitar essas características. Isso pode implicar na utilização da prensagem isostática à quente (*hot isostatic press - HIP*) ou sinterização rápida (*flash sintering* ou *spark plasma sintering*) (CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLE, 2007).

2.1.1.3 Mecanismo de reforço

As propriedades dos materiais dependem, além da composição química e estrutura de suas fases, da microestrutura que, por sua vez, está fortemente relacionada a toda cadeia de processamento, matérias-primas empregadas, relações de equilíbrio, cinética, dentre outros.

A microestrutura pode ser descrita por: número e tipo de fases; tamanho e distribuição de porosidade; distribuição de tamanhos, forma e orientação das fases; e quantidades relativas das fases (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991). Pesquisadores apontam também a influência das condições ambientais, como a temperatura e umidade relativa (PEREZ-UNZUETA, BEYNON e GEE, 1991), nas propriedades mecânicas de materiais cerâmicos, conforme explorado no item anterior (2.1.3).

A Figura 2.10 demonstra o efeito do aumento do tamanho do grão, d , de MgO no modo de fratura, que muda de predominantemente intergranular para transgranular ou intragranular (clivagem) (DAVIDGE, 1978).

Figura 2.10 – Modo de fratura do MgO em função do tamanho de grão (Adaptado de DAVIDGE, 1978).

A tensão de ruptura, σ_r , na cerâmica é fortemente influenciada pelo tamanho do defeito ou falha crítica de modo que as características microestruturais importantes em relação ao tamanho dos defeitos são o tamanho dos grãos e poros (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

De modo geral, o tamanho da falha crítica se aproxima do maior poro ou do maior grão. Os defeitos superficiais são particularmente críticos, pois nos ensaios mecânicos convencionais as máximas tensões de tração são concentradas nas regiões superficiais (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

Mackenzie (1950) estabeleceu uma relação empírica sobre o efeito da fração volumétrica de poros fechados, P_f , no módulo de elasticidade (Equação 2.11) e, Ryskewitsch (1953), deduziu a relação de P_f com a resistência à fratura (Equação 2.12). A primeira relação é válida para coeficiente de Poisson, ν , igual a 0,3 e até 50% de porosidade.

$$E = E_0(1 - 1,9P_f + 0,9P_f^2), \quad (2.11)$$

onde E_0 é o módulo de elasticidade do material sem poros. Quando os poros são interligados o efeito da porosidade é mais acentuado.

$$\sigma_r = \sigma_0 \exp(-N_c \cdot P), \quad (2.12)$$

onde σ_0 é o módulo de ruptura do material sem poros e N_c uma constante empírica que, dependendo da localização, distribuição de tamanhos e da geometria dos poros, pode assumir valores entre 3 e 7.

Segundo Zanotto e Migliore (1991), essas duas relações não levam em conta o tamanho dos poros e tem validade nos casos em que os defeitos críticos são bem maiores que os poros. Portanto, a diminuição de E e σ_r é consequência da redução da área da seção transversal efetiva de aplicação de carga e pela redução da energia efetiva para iniciar a fratura, γ_i .

Vários materiais cerâmicos podem ocorrer com diferentes formas cristalográficas (polimorfismo). Durante muito tempo, o polimorfismo foi considerado uma desvantagem devido à formação de trincas pela variação volumétrica das fases. Entretanto, pesquisadores perceberam que esse fenômeno, na verdade, oferecia uma vantagem tecnológica devido as possibilidades oferecidas para o desenvolvimento de cerâmicas avançadas (HEUER e HOBBS, 1981; ZANOTTO e MIGLIORE, 1991; BOCH e NIÈPCE, 2007).

A zircônia (ZrO_2), por exemplo, apresenta três formas cristalográficas bem definidas, tais como a monoclinica, a tetragonal e a cúbica; existindo também, sob alta pressão, a forma ortorrômbica. A forma monoclinica é estável até 1150 °C, quando se transforma em tetragonal que é estável até 2370 °C e cúbica até o ponto de fusão a 2680 °C (HEUER e HOBBS, 1981; STEVENS, 1986; NETTLESHIP e STEVENS, 1987; ZANOTTO e MIGLIORE, 1991; BECHER e ROSE, 1994; BOCH e NIÈPCE, 2007).

A transformação de tetragonal para monoclinica ($t \rightarrow m$), que ocorre no resfriamento (também chamada de transformação martensítica por BECHER e ROSE, 1994), é de grande importância tecnológica, visto que o aumento de volume de 3 a 5% provoca o trincamento das partículas individuais e impossibilita a fabricação de produtos sinterizados de ZrO_2 pura (CHEVALIER, GREMILLARD e DEVILLER, 2007).

Segundo Karihaloo e Andreasen (1996), o domínio da transformação $t \rightarrow m$ propicia a obtenção do grupo cerâmico denominado ZTC (zirconia-toughened ceramics), este grupo subdivide-se em outros três subgrupos: o PSZ (partially stabilized zirconia), o TZP (tetragonal zirconia polycrystals) e o DZC (dispersed zirconia ceramics).

Garvie, Hannink e Pascoe (1975), seguido por Gupta, Lange e Bechtold (1978), todavia, demonstrou que essa expansão poderia ser utilizada para melhorar a resistência à fratura e a tenacidade (mecanismo de tenacificação por transformação) de alguns materiais cerâmicos, principalmente por meio dos mecanismos de microtrincamento e transformação de

fase induzido por tensão, este último podendo se manifestar na totalidade do corpo ou apenas em sua superfície.

A formação de microtrincas ocorre quando partículas de ZrO_2 são incorporadas em uma matriz cerâmica. A expansão volumétrica dessas partículas no resfriamento ($t \rightarrow m$) promove trincas radiais na matriz. Estas podem desviar uma trinca crítica que se propaga quando o corpo cerâmico está tencionado, dissipando a energia da trinca e, assim, melhorando a tenacidade do material.

A Figura 2.11 exemplifica o fenômeno para uma matriz de Al_2O_3 com partículas de ZrO_2 dispersas.

Figura 2.11 – Tenacidade à fratura e resistência à fratura versus fração volumétrica de ZrO_2 em uma matriz de Al_2O_3 (Adaptado de ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

As condições ideais são alcançadas quando as partículas são suficientemente grandes para se transformarem, mas suficientemente pequenas para causar interação entre as microtrincas. Tais microtrincas são muito efetivas para aumentar a resistência ao choque térmico, pois levam a um aumento de tenacidade e energia de fratura, e a diminuição simultânea do coeficiente de expansão térmica e do módulo de elasticidade (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

Por sua vez, no resfriamento da ZrO_2 de 1300 °C até a temperatura ambiente, a transformação de tetragonal para monoclinica deve acontecer. Se, entretanto, a ZrO_2 for finamente dividida ou uma pressão for exercida pela matriz, as partículas podem ser retidas metaestavelmente na forma tetragonal.

A Tabela 2.2 mostra a diferença de valores na resistência e na tenacidade à fratura das fases da zircônia.

Tabela 2.2 – Resistência e tenacidade à fratura das variedades de zircônia.

Variedades	Resistência à ruptura transversal (MPa)	K_{IC} (MN/m ^{3/2})
ZrO ₂ tetragonal	-	11,6
ZrO ₂ cúbica e tetragonal	650	7,1 - 8,7
ZrO ₂ cúbica e monoclinica	250	3,7
ZrO ₂ cúbica	245	2,5 - 2,8

Fonte: Adaptado de SUBBARAO, 1981 e FISCHER, ANDERSON e JAHANMIR, 1989.

Portanto, a transformação induzida por tensão é consequência do mecanismo de aumento de tenacidade devido à transformação de tetragonal para monoclinica por tensão. Se uma trinca crítica se propaga sob a ação de uma tensão externa, altos níveis de tensões de tração são gerados ao redor da ponta da trinca. Estas tensões aliviam a pressão da matriz sobre as partículas de ZrO₂ que podem então se transformar para fase monoclinica com uma deformação compressiva sendo induzida na matriz. Trabalho extra será necessário para mover a trinca, resultando em um aumento de tenacidade e resistência. A Figura 2.12 ilustra o processo em questão.

Figura 2.12 – Representação do mecanismo de tenacificação da ZrO₂ por transformações de partículas de ZrO₂ induzidas por tensão (Adaptado de CALLISTER, 2002).

O aumento da resistência é dependente da severidade da remoção de material, e a espessura da camada superficial transformada deve ser maior que a falha crítica, mas pequena se comparada à seção transversal do corpo cerâmico.

O aumento de resistência mecânica também pode acontecer em sistemas parcialmente ou totalmente estabilizados pela presença de óxidos dopantes que formam soluções sólidas. A zircônia pode ter a fase cúbica estabilizada, dentre outros, pelos óxidos metálicos de magnésio (MgO), cálcio (CaO), cério (CeO₂) e ítrio (Y₂O₃) (CALLISTER, 2002).

Inúmeros outros mecanismos podem ser empregados para aumentar a resistência dos materiais cerâmicos como, por exemplo, introdução de tensões superficiais compressivas (WAYMAN, 1981; STEVENS, 1986), reforço por fases dispersas e fibras, minimização do tamanho de grão (GARVIE e GOSS, 1986; CHRASKA, KING e BERNDT, 2000) e de porosidade (ZANOTTO e MIGLIORE, 1991).

2.1.2 Técnicas de fabricação e processamento cerâmico

Sabendo que a fragilidade é uma característica inerente das cerâmicas em temperatura ambiente, já que em temperaturas acima de 1000 °C certa plasticidade pode ser observada, além de limitar a aplicação das cerâmicas, a fragilidade também impõe restrição à técnica de produção aplicável às cerâmicas. Essa oposição é bem evidente entre metais e cerâmicas (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Nos metais, as técnicas de processamento aproveitam o fato de que a maioria dos materiais metálicos são suficientemente dúcteis para ser deformados plasticamente em processos de conformação e usinagem. O processo de fabricação de um produto metálico passa então por duas etapas. Na primária há a produção do material na forma de um produto semiacabado, por exemplo, barras, chapas ou fios, obtidos por fundição, laminação e outros. Na etapa secundária, por sua vez, obtém-se o produto final que, dentre outros processos, encontram-se a estampagem e a usinagem, a exemplo da estrutura de um carro ou mesmo de um parafuso (BOCH e NIÈPCE, 2007; CHIAVERINI, 2002; SILVA e MEI, 2010).

A produção de uma peça cerâmica, por outro lado, não está desassociada do processamento do material. Um fabricante de artefatos cerâmicos não corta o vaso de uma pré-forma de cerâmica já consolidada. A queima da forma bruta de argila solidifica o objeto em sua forma final por meio de reações físico-químicas que transformam a matéria-prima em fases cerâmicas. Na maioria dos casos, o ceramista cria o objeto enquanto trabalha no material que o constitui (BOCH e NIÈPCE, 2007).

É verdade que algumas peças metálicas são produzidas por fundição. Entretanto, a fusão é raramente aplicada às cerâmicas devido às altas temperaturas requeridas (DHARA e SU, 2005), geralmente superiores as dos metais, e também para evitar choques térmicos e dilatações diferenciais em uma estrutura frágil, consequência das fortes ligações covalentes e iônicas (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Todas estas limitações sobre os processos de fabricação possíveis explicam porque a técnica básica para a preparação de peças cerâmicas é a sinterização (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Para dar forma e atingir todos os requisitos de projeto de uma peça cerâmica de engenharia são necessários vários processos. Investigações científicas não estão focadas exclusivamente no material propriamente dito e na sua transformação em pó ou grânulos, mas também nos estágios seguintes de processamento e usinagem (KLOCKE, GERENT e SCHIPPERS, 1997; FORTULAN e PURQUERIO, 1998; TEIXEIRA, FORTULAN e JASINEVICIUS, 2006; FORTULAN, 2010 informação verbal¹; BRUNO, JASINEVICIUS e FORTULAN, 2011; BUKVIC, 2011; BUKVIC *et al.*, 2012).

No fluxograma apresentado na Figura 2.13 tem-se uma visão abrangente das etapas e processos envolvidos na produção de cerâmicas policristalinas a partir do pó até a finalização do produto.

Simplificadamente, na produção de um produto cerâmico, os pós que os constituem são moídos e misturados, depois adicionados aglomerantes e aditivos para melhorar a conformação e sinterização. Os pós são conformados para dar forma às peças compactadas, também chamadas de peças verdes em alusão ao seu estado não sinterizado, que posteriormente devem ser sinterizadas para, então, atingirem a dureza e densidade finais desejadas (SCHELLER, 1994).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Figura 2.13 – Técnicas usuais de obtenção de uma peça de cerâmica avançada (AUTOR).

As questões importantes em cada etapa e como estas influenciam ou são influenciadas por outras fases são descritas nas seções seguintes.

2.1.2.1 Pó cerâmico

Uma grande variedade de pós está disponível hoje na indústria cerâmica. Os pós para cerâmicas avançadas (alumina, zircônia, nitretos, carbonetos, titanatos etc.) exibem características físicas e químicas muito diversas, que devem ser controladas para fabricar peças com as propriedades desejadas de uma maneira reprodutível (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A preparação do pó é, portanto, uma etapa importante para os processos que conferem forma (modelamento). O objetivo é obter um pó que, por um lado, produza a microestrutura desejada, geralmente densa e homogênea, durante a moldagem (dispersão de partículas, empacotamento e reologia das misturas) e, por outro lado, assegure uma densificação satisfatória durante a sinterização (reatividade do pó) (RAHAMAN, 2005; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Neste contexto, as características do pó dependem fortemente do método utilizado para sintetizá-lo, e estas, por sua vez, influenciam o processamento subsequente da cerâmica. As características do pó de maior interesse são a forma, tamanho e distribuição das partículas; estado de aglomeração; área superficial específica; densidade; composição química e pureza (RAHAMAN, 2005; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

As características químicas referem-se principalmente ao grau de pureza dos pós e da natureza da superfície das partículas. A pureza depende da origem das matérias-primas e os processos de transformação que podem introduzir impurezas (ferro, metais pesados, sais, carbono etc.) Estas características determinam fortemente a reatividade de sinterização, com a possível formação de uma segunda fase intergranular, e as propriedades finais da peça (mecânica, química, elétrica etc.). As propriedades de superfície das partículas determinam os mecanismos de adsorção e de dissolução de espécies. Elas irão controlar as propriedades de dispersão, homogeneidade e o comportamento reológico das suspensões e pastas cerâmicas (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Muitas técnicas estão disponíveis para a síntese de pós cerâmicos. Estas variam de técnicas mecânicas que envolvem predominantemente trituração ou moagem para a redução do tamanho de um material grosseiro (referido como cominuição) (CARVALHO e FORTULAN, 2006; FORTULAN, 2010 informação verbal¹) à técnicas químicas que envolvem reações químicas em condições cuidadosamente controladas (RAHAMAN, 2005; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

As técnicas variam consideravelmente na qualidade do pó produzido e no custo de produção. Geralmente, uma maior qualidade de pó está associada com maior custo de produção. Para uma determinada aplicação, portanto, é necessário ponderar entre custo e qualidade (RAHAMAN, 2005; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Para Giesche e Matijevic² (1994 *apud* RAHAMAN, 2005), algumas das técnicas químicas, embora muitas vezes mais caras do que as mecânicas, oferecem um controle sem precedentes das características do pó.

Uma das questões mais problemáticas na produção de cerâmica é o efeito de pequenas variações na composição química e pureza do pó sobre o processamento e as propriedades (RAHAMAN, 2005; GOMES *et al.*, 2011; FERREIRA *et al.*, 2011; WILLIAMS *et al.*, 2012).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

² GIESCHE, H.; MATIJEVIC, E. (1994). Preparation, characterization, and sinterability of well-defined silica/yttria powders. *Journal of Materials Research*, v.9, n.2, p.436-450.

Essas variações, produzidas pelo controle insuficiente do processo de síntese ou introduzidas durante o manuseio posterior, muitas vezes passam despercebidas ou não são detectadas. No entanto, os seus efeitos sobre a microestrutura e as propriedades do material fabricado podem muitas vezes ser bastante profundos (RAHAMAN, 2005; GOMES *et al.*, 2011; FERREIRA *et al.*, 2011; WILLIAMS *et al.*, 2012).

Para cerâmicas que devem satisfazer os estreitos requisitos de propriedades, um dos grandes avanços feitos nos últimos 30 anos tem sido a atenção dada à qualidade do pó. Isto resultou em maior utilização de técnicas químicas para a síntese de pó associadas à manipulação cuidadosa durante o processamento subsequente (RAHAMAN, 2005).

Nesse sentido, há tendência de se preparar pós cada vez mais finos (CARVALHO e FORTULAN, 2006; ARAÚJO, 2012). Em princípio, o aumento da reatividade de pós finos é benéfico para a obtenção de corpos de alta densidade à temperaturas mais baixas de queima, afirmam Masters¹ (1991 *apud* RAHAMAN, 2005) e Araújo (2012).

Um problema importante, contudo, é que os benefícios de pós finos são normalmente obtidos apenas quando extremo cuidado é tomado no seu manejo e consolidação. Geralmente, abaixo de $\sim 1 \mu\text{m}$ as partículas apresentam maior tendência para interagirem mutuamente, dando origem à formação de aglomerados (RAHAMAN, 2005).

Uma consequência indesejada da presença de aglomerados é que o empacotamento do pó consolidado pode ser muito heterogêneo. O efeito global é que, durante a fase de sinterização, pouco melhoramento é conseguido por meio de um pó grosseiro com um tamanho de partícula correspondente ao tamanho do aglomerado do pó fino (RAHAMAN, 2005).

O uso de finos pós, portanto, requer rígidos controles de manejo e consolidação a fim de minimizar os efeitos deletérios devido à presença de aglomerados. Estes processos podem ser bastante exigentes e caros (RAHAMAN, 2005). A Figura 2.14 mostra uma representação de um aglomerado e seus constituintes.

¹ MASTERS, K. (1991). *Spray Drying Handbook*. 5.ed. New York: Wiley.

Figura 2.14 – Representação esquemática de um aglomerado formado por partículas primárias policristalinas densas (Adaptado de RAHAMAN, 2005).

Tabela 2.3 – Métodos usuais de preparação de pós cerâmicos.

Método de preparação do pó		Vantagens	Desvantagens
Mecânico	Cominuição	Barato, amplamente utilizado	Pureza limitada, homogeneidade limitada, tamanho grande de partícula
	Síntese mecanoquímica	Tamanho pequeno de partícula, boa para monóxidos	Pureza limitada, homogeneidade limitada
Químico	Reação de estado sólido	Decomposição, reação entre sólidos	Aparato simples, barato
	Solução líquida	Precipitação ou coprecipitação; vaporização de solvente (<i>spray drying, spray pyrolysis, freeze drying</i>); rota gel (<i>sol-gel, Pechini, citrate gel, glycine nitrate</i>)	Aglomerado de pó, homogeneidade limitada para pó multicomponente
		Alta pureza, tamanho pequeno de partícula, controle de composição, homogeneidade química	Onerosa, pobre para monóxidos, aglomeração de pó geralmente um problema
		Reação líquida sem água	Alta pureza, tamanho pequeno de partícula
Reação de fase gasosa	Reação gás-sólido	Comumente barato para tamanho grande de partícula	Limitada à monóxidos
	Reação gás-líquido	Alta pureza, tamanho pequeno de partícula	Comumente baixa pureza, onerosa para pós finos
	Reação entre gases	Alta pureza, tamanho pequeno de partícula, barato para óxidos	Onerosa, aplicabilidade limitada
			Onerosa para monóxidos, aglomeração de pó geralmente um problema

Fonte: Adaptado de RAHAMAN, 2005.

Além da tendência de aplicar pós mais puros há também demanda de técnicas analíticas para a caracterização química superficial dos pós (RAHAMAN, 2005).

Essas técnicas incluem a microscopia eletrônica de transmissão (MET), espectroscopia de massa de íons secundários (SIMS), espectroscopia de elétrons Auger (AES), espectroscopia de raios x e de fotoelétrons (XPS), também conhecida como espectroscopia de elétrons para análise química (ESCA). As técnicas espectroscópicas têm a capacidade de detectar os constituintes (átomos, íons ou moléculas) na faixa de até partes por milhão (RAHAMAN, 2005; WULFMAN, SADOUN e LAMY De La CHAPELLE, 2010).

A Tabela 2.3 apresenta as principais técnicas para obtenção de pós cerâmicos, destacando algumas das suas vantagens e desvantagens.

2.1.2.2 Adaptação do sistema ao processo de moldagem

A moldagem ou conformação do corpo cerâmico requer características físico-químicas específicas para cada técnica, e envolve, não exclusivamente, a moagem, preparo da suspensão ou massa plástica, granulação e seleção.

2.1.2.2.1 Moagem

Os dois principais mecanismos de moagem são a ruptura por impacto e o desgaste abrasivo por atrito. Na Tabela 2.4 são mostradas as técnicas mais comuns de moagem. Exceto no caso de moagem por jato de ar, que utiliza o impacto entre as partículas aceleradas por uma corrente de ar, as técnicas de moagem utilizam meios de moagem, particularmente esferas ou cilindros cerâmicos constituídos de material mais duro ao até do mesmo material em processamento para evitar contaminação (BOCH e NIËPCE, 2007; ARAÚJO, 2012).

Tabela 2.4 – Técnicas de moagem comumente utilizadas para cerâmicas avançadas.

Técnica	Mecanismo de moagem
Moagem a fluxo de energia	Impacto
Moinho de atrito ou vibratório	Atrito e cisalhamento

Fonte: Adaptado de BOCH e NIËPCE, 2007.

O tamanho médio final das partículas assim como a distribuição granulométrica depende da técnica aplicada, das características do meio (material, forma, tamanho), do tempo, do ambiente (a seco, meio aquoso ou não aquoso, com ou sem agentes dispersantes – Figura 2.15) e da razão de carga (razão entre a massa do meio de moagem e a massa do pó) (CARVALHO e FORTULAN, 2006; BOCH e NIÈPCE, 2007).

Na moagem, o tamanho da partícula em função do tempo apresenta um comportamento assintótico, ou seja, o tamanho da partícula praticamente não mais se altera após certo tempo de moagem. Este comportamento justifica-se porque a energia fornecida já não é suficiente para triturar partículas ainda mais finas, as quais contêm cada vez menos trincas críticas (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Kim e Saito (2000) relatam que as partículas cerâmicas têm a tendência de se reflocularem após ser submetidas ao moinho de bolas. Isso ocorre devido à introdução de sítios ativos na superfície cerâmica devido ao excesso de energia da colisão entre as partículas e o agente de moagem (YODEN e ITOH, 2004). A refloculação das partículas provoca aumento de viscosidade e, portanto, alteração da propriedade tixotrópica (CHANG, LANGE e PEARSON, 1994). As partículas floculadas resultam em corpos verdes heterogêneos e de estrutura solta apresentando, por exemplo, ampla distribuição de tamanho de poro e baixa densidade relativa (CHOU e LEE, 1989; HOTTA *et al.*, 2009).

Figura 2.15 – Tamanho de partícula versus tempo de moagem em moinho de bolas (Adaptado de BEDDOW, 1980).

A contaminação dos pós pelos meios de moagem pode ser minimizada através da escolha adequada do material dos elementos de moagem e do revestimento dos moinhos. Por último, deve notar-se que a moagem por atrito gera partículas mais equiaxiais que as outras técnicas (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Na moagem por meio do moinho vibratório, onde o mecanismo de moagem por atrito tem expressiva participação, de acordo com Carvalho e Fortulan (2006) e Araújo (2012), a importância desta técnica não se dá apenas pela mistura dos pós e seus aditivos, mas também pela quebra dos aglomerados e partículas do material, que é realizada com o auxílio do meio de moagem introduzido com a mistura dentro do recipiente (vaso ou jarro). Partículas pequenas, com tamanho submicrométrico, são necessárias em aplicações de cerâmicas avançadas, pois apresentam alta reatividade, favorecendo a sinterização e garantindo a elevada resistência mecânica do produto final.

2.1.2.2 Suspensão da partícula cerâmica

A desaglomeração e dispersão de partículas de cerâmica são etapas fundamentais nos processos de conformação, seja pelo método líquido, plástico ou a seco. O objetivo é obter um sistema homogêneo e estável das partículas elementares, ou parcialmente aglomeradas no caso da colagem de barbotina de cerâmicas tradicionais, em um líquido ou uma fase, geralmente orgânica, de viscosidade mais elevada (BOCH e NIÈPCE, 2007).

O estado de dispersão das partículas deve ser, portanto, compreendido e controlado a fim de se determinar a estrutura da mistura, caracterizada por sua reologia. O líquido de suspensão é geralmente chamado de meio (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A dispersão do pó em um solvente envolve três etapas. No início há o umedecimento da superfície de pó pelo líquido, o que resulta na substituição das interfaces sólido/gás pela interface sólido/líquido. Em seguida ocorre a desaglomeração, isto é, ruptura dos aglomerados "moles" em partículas elementares, ou em agregados "duros" de partículas elementares. A simples pressão capilar do solvente nos poros pode destruir certos aglomerados (ligações fracas), mas a contribuição de uma energia mecânica adicional obtida por meio de impactos com os meios de moagem ou uma onda de choque, é geralmente necessária. Por último, incide a estabilização do estado de dispersão no que diz respeito à sedimentação e reaglomeração (BOCH e NIÈPCE, 2007).

O dispersante, ou agente ativo de superfície, pode influenciar essas três etapas. Na primeira, ele pode diminuir a energia de interface sólido/líquido, acentuando o molhamento.

Ele também aumenta a eficiência da moagem. Por último, ajuda obter uma suspensão coloidal estável, evitando reaglomeração e sedimentação (BOCH e NIÈPCE, 2007).

2.1.2.2.3 Granulação

De acordo com Baklouti (1996), a operação de granulação consiste em aumentar o diâmetro dos elementos de um pó, a fim de conferir-lhe as propriedades requeridas para o fluxo e enchimento do molde na etapa de compactação.

A granulação, por sua vez, tem a intenção de produzir aglomerados esféricos de tamanhos semelhantes, compostos de partículas elementares que têm boas características de fusibilidade/soldabilidade, preservando adequada reatividade de sinterização (BOCH e NIÈPCE, 2007). A Figura 2.16 apresenta grânulos de Al_2O_3 oriundos da granulação e secagem por pulverização.

Figura 2.16 – Grânulos de alumina obtidos por secagem por pulverização, com aumentos de (a) 100x, (b) 500x, (c) 5000x e (d) 20000x (BUKVIC, 2011).

Vários processos de granulação são utilizados na indústria cerâmica. Simplificadamente, de acordo com Boch e Nièpce (2007), podem ser classificados da seguinte maneira: (1) granulação por prensagem/moagem do pó ou extrusão de grânulos, (2) granulação por agitação/evaporação de suspensão em um misturador e (3) granulação por secagem de uma suspensão, por exemplo, a liofilização (*freeze-drying*) ou a secagem por pulverização (*spray-drying*).

Os grânulos devem ter duas propriedades conflitantes. Devem ser satisfatoriamente resistentes para permitir a sua manipulação e transporte, mas suficientemente dúcteis para serem deformados sob a ação da prensagem. Isto é necessário para não introduzir macroporosidade, que não pode ser reabsorvida durante a sinterização, que será prejudicial para as propriedades da peça. Tal compromisso pode ser conseguido apenas com a utilização de aditivos orgânicos, como ligantes e plastificantes (BOCH e NIÈPCE, 2007).

O método largamente utilizado na indústria para a produção de grânulos com densidade e tamanho controlados, com bom fluxo e capacidade de compactação, é a secagem por pulverização (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A secagem por pulverização consiste na pulverização de uma suspensão, sob a forma de gotículas, em uma corrente de ar quente ou gás inerte para produzir grânulos praticamente esféricos (diâmetro de 50 a 500 μm), com superfície externa relativamente lisa (Figura 2.16). A secagem por pulverização, ilustrada na Figura 2.17, é um processo contínuo, econômico e reprodutível (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Figura 2.17 – Representação esquemática dos processos de secagem por pulverização, (a) sentido da corrente e (b) contra corrente (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Por razões de segurança utiliza principalmente solventes não inflamáveis, no entanto existem modelos para condições com solventes inflamáveis (FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A formação de gotículas é geralmente realizada por centrifugação usando rotor de alta velocidade ou por cisalhamento da suspensão injetada sob pressão através de um tubo de diâmetro reduzido (Figura 2.17).

Baklouti (1996) sugere que na secagem por pulverização o ligante, geralmente hidrossolúvel e em grande parte não adsorvido na superfície das partículas de cerâmica, é susceptível de migrar com o solvente à medida que as gotículas secam no interior da câmara.

Esta migração resulta na formação de uma concha (Figura 2.16c) sobre a superfície dos grânulos, rica em polímero, cuja espessura representa uma pequena porcentagem do raio dos grânulos. A heterogeneidade da distribuição do ligante nos grânulos tem um impacto considerável sobre as propriedades mecânicas dos produtos prensados (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A maioria das suspensões para secagem por pulverização são sistemas aquosos, no entanto, solventes orgânicos são por vezes utilizados para evitar reações entre a cerâmica e a água. A granulação de pós por secagem por pulverização implica a utilização de vários aditivos orgânicos, cada um desempenhando uma função específica, por exemplo, dispersante, ligante, plastificante, lubrificante, modificadores da tensão superficial (molhamento) e antiespumante (BOCH e NIÈPCE, 2007; FOSCHINI, 2012 informação verbal¹).

Os ligantes devem ser adicionados as composições cerâmicas desprovidas de argila, a fim de dar a peça prensada resistência mecânica suficiente para permitir a sua ejeção do molde, sua manipulação posterior e, se necessário for, a sua usinagem a verde (DESFONTAINES *et al.*, 2004; BOCH e NIÈPCE, 2007; BUKVIC *et al.*, 2012).

Baklouti (1996) relata que os ligantes mais utilizados em *spray-drying* na indústria cerâmica são: (1) polímeros hidrossolúveis, como polímeros de vinilo (álcool polivinílico – PVA, polivinilmetiléter, polivinilpirrolidona), polímeros acrílicos (poliacrilamida, polidimetilacrilamida e poliisopropilacrilamida), poliaminas e polióxidos (polietileno imina, o polietileno glicol - PEG), (2) polímeros de emulsão (látex), e (3) polímeros de origem natural, como as celulosas substituídas.

¹ Informação fornecida por Foschini em reunião técnica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), em outubro de 2012.

A natureza, conteúdo e massa molar do ligante utilizado na secagem por pulverização têm grande influência sobre o comportamento de compactação de pós atomizados, sobre os problemas de aderência na matriz e na resistência mecânica da peça verde (Figura 2.18). Um aumento na massa molar do ligante, na sua temperatura de transição vítrea ou na sua concentração no pó resulta em uma redução na densidade relativa dos aglomerados. Os ligantes são geralmente introduzidos com teores variando entre 0,5 e 5% em peso com base na massa do pó cerâmico (BOCH e NIËPCE, 2007).

Figura 2.18 – Influência do ligante na resistência à ruptura de peças prensadas (Adaptado de BOCH e NIËPCE, 2007).

Reed (1995) acredita que a fase orgânica utilizada para assegurar a coesão dos grânulos irá apresentar uma aptidão para a deformação durante a prensagem apenas se for dúctil. Entretanto, polímeros solúveis em água geralmente têm temperatura de transição vítrea, T_g , superior à temperatura ambiente e, conseqüentemente, exibem, no estado sólido, comportamento frágil. Para diminuir o efeito da T_g do ligante próxima a temperatura de prensagem, são empregados agentes plastificantes.

Segundo Reed (1995) vários tipos de plastificantes podem ser utilizados:

- polióis tais como glicerol e glicol: estas moléculas de tamanho diminuto devem inserir-se na matriz orgânica para facilitar o movimento relativo das cadeias poliméricas. A desvantagem é a sua tendência de evaporação durante a secagem por pulverização;

- polietilenos-glicóis (PEG): são polímeros de massa molar média (~500-1500) com uma tensão de vapor inferior a dos polióis simples. A sua presença diminui a temperatura de transição vítrea da maioria dos ligantes solúveis em água, tais como álcool polivinílico (Figura 2.19).

- A água é também um plastificante do PVA (Figura 2.19). A compressão de um pó seco por pulverização com PVA será, por conseguinte, influenciado pela taxa de umidade relativa de armazenamento e atmosfera de trabalho.

O papel do lubrificante é reduzir o atrito entre o molde e a peça durante a prensagem e ejeção. O lubrificante é introduzido diretamente na suspensão antes da secagem por pulverização ou por revestimento dos grânulos. Estearatos (Zn, Mg), ceras, argilas ou talco são utilizados como lubrificantes (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Figura 2.19 – Evolução do T_g do PVA dependendo da concentração de água e de PEG 600 (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).

O principal ligante empregado na preparação de zircônia em meio alcoólico é o polivinil butiral (PVB) (RAEDER *et al.*, 1994; LEE, 2004; LIU *et al.*, 2010). Como plastificante o di-butil fitalato (DBP) e o álcool isopropílico como solvente (LIU *et al.*, 2010). Kitayama e Pask (2004) e Araújo (2012) sugerem o PABA (ácido 4-aminobenzoico) na proporção de 0,5 vol% em peso como defloculantes da zircônia em meio alcoólico.

2.1.2.2.4 Classificação

O principal método de seleção ou classificação é a peneiração (*sieving*), geralmente assistida por vibração. A técnica possibilita a obtenção de classes de tamanho médio equivalente de, no mínimo, 20 μm . Possui fácil operação e requer preparação mínima do material. Fontes de erro e variações decorrem de manutenção inadequada da peneira e presença de grãos ou aglomerados aciculares (JILLAVENKATESA, DAPKUNAS e LUM, 2001).

Ressalta-se que a seleção pode ocorrer em duas etapas na rota de manufatura. Primeiro, a seleção da partícula cerâmica no início do processo e, em segundo lugar, a seleção do aglomerado, etapa após a granulação. Excessiva ação mecânica sobre as partículas/aglomerados pode forçar a malha da peneira permitindo a passagem de elementos maiores e mais irregulares.

Para obtenção de partículas mais finas durante o início da trituração de material, pode-se usar um classificador, por exemplo, um rotor de ar ou água eficaz para tamanhos de aproximadamente 5 μm . Esta técnica não se aplica para granulados (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A técnica de sedimentação gravitacional, aplicada a suspensões, é adequada para classificação de tamanhos tipicamente entre 0,1 μm a 300 μm . Para certas condições o limite mínimo pode chegar a 1 nm e o máximo a 1 mm. Não pode ser usada para a análise de batelada de pó com partículas de diferentes densidades. Quanto menor o tamanho, maior é o tempo de separação (JILLAVENKATESA, DAPKUNAS e LUM, 2001).

2.1.2.3 Consolidação cerâmica

A consolidação de pós cerâmicos para produzir um corpo verde é comumente referida como conformação (RAHAMAN, 2005; FORTULAN, 2012 informação verbal¹). Os processos cerâmicos mais usados são a colagem de barbotina, a prensagem, a injeção e extrusão em molde (SATO, BESSHI e MATSUI, 1998; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2012 informação verbal¹). Boch e Nièpce (2007) também afirmam que métodos de deposição, por exemplo, a deposição à vapor e a pulverização à plasma, podem ser considerados como processos cerâmicos de consolidação.

De acordo com Rahaman (2005) e Bukvic *et al.* (2012) grandes avanços feitos na área se devem a atenção dada a microestrutura do corpo verde antes da fase de sinterização. A presença de gradientes de densidade na peça verde promove heterogeneidade de empacotamento. Em condições convencionais de sinterização, o corpo apresentará uma microestrutura heterogênea e sofrerá distorções, limitando as propriedades de engenharia e, portanto, sua confiabilidade e aplicabilidade.

As características físicas e químicas dos pós devem obrigatoriamente ser adaptadas para cada processo de conformação, principalmente no que diz respeito ao seu fluxo durante a moldagem e o arranjo das partículas no corpo verde (BOCH e NIÈPCE, 2007).

¹ Informação fornecida por Fortulan em reunião técnica no Laboratório de Tribologia e Compósitos (LTC) da Escola de Engenharia de São Carlos, em maio de 2012.

A escolha do processo de moldagem depende de vários parâmetros relacionados com a peça, tais como o tamanho e forma, a qualidade da superfície, as tolerâncias dimensionais e características microestruturais, mas também de razões econômicas, como a produtividade e o custo do equipamento (LANGE, 2001; YANG, YU e HUANG, 2011).

A maioria dos processos de manufatura cerâmica requer uma fase líquida (água, solventes orgânicos) e/ou aditivos orgânicos (dispersantes, ligantes, plastificantes, lubrificantes etc.), a fim de conferir ao pó cerâmico as desejadas propriedades reológicas e coesão durante a moldagem. Estes componentes devem necessariamente ser eliminados antes da sinterização durante uma fase crítica de secagem ou remoção do ligante (*debinding*), preservando a integridade e homogeneidade da peça.

Figura 2.20 – Fluxograma geral da manufatura de uma peça cerâmica (Adaptado de BOCH e NIÈPCE, 2007).

Independentemente do processo, a produção de uma peça cerâmica implica uma sequência de operações que modificam as características químicas e físicas do sistema (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Aprimorar as propriedades do objeto final e a sua reprodutibilidade (confiabilidade) exige, portanto, a identificação de tais características em cada fase do processo. Neste contexto, a ciência dos processos cerâmicos procura compreender os mecanismos que governam a conformação e, naturalmente, integra a pesquisa da ciência dos materiais com a engenharia de processos (BOCH e NIÈPCE, 2007).

2.1.2.3.1 Conformação Coloidal

Os métodos mais comuns de conformação coloidal são a colagem de barbotina (*drain casting, slip casting, solid casting, vacuum casting, pressure casting, centrifugal casting, fugitive-mold casting, gel casting e electrophoretic deposition*) e o *tape casting* (*doctor blade e waterfall*) (RICHERSON, 1992; FORTULAN, 1999; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹). Na colagem de barbotina a consolidação das partículas é realizada com o fluxo do solvente através de um meio poroso (molde de gesso) sob gradiente de pressão com posterior evaporação do solvente, geralmente em temperatura ambiente (RICHERSON, 1992; FORTULAN, 1999; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Embora a colagem em molde de gesso seja de fácil fabricação, a técnica possui algumas desvantagens, dentre elas, destacam-se a considerável variação dimensional (molde e peça), baixa qualidade do acabamento da peça colada (elevada rugosidade do molde), elevada distorção dimensional (evaporação heterogênea do solvente), gradiente de densidade na peça (partículas maiores são arrastadas primeiro em direção à parede do molde) e difícil controle de espessura (FORTULAN, 1997; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A colagem de barbotina oferece um caminho para a execução de geometrias complexas sendo amplamente empregado na indústria cerâmica tradicional como, por exemplo, na manufatura de louça sanitária (COLOMBO, 1993; MOORE, 1993; HAUSWURZ, 1994; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Uma importante característica que afeta a processabilidade de uma barbotina é a sua concentração de sólidos. O processamento coloidal necessita da máxima concentração de sólidos possível com fluidez adequada para que a barbotina possa escoar. Estas necessidades são conflitantes e, conseqüentemente, a química do coloide deve ser adaptada para se obter a máxima fluidez possível em uma dada concentração de sólidos. (RAMAKRISHNAN, PRADIP e MALGHAN, 1996; FORTULAN, 1999; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A indústria cerâmica de componentes eletrônicos utiliza largamente o *tape casting* para produção de chapas finas, substratos e componentes multi-camadas (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Entretanto, quando a técnica promove distorção dimensional e deterioração do acabamento, compromete o desempenho do componente. Nesses casos, faz-se uso da usinagem para correção de forma e rugosidade, que pode ser aplicada no compactado verde (usinagem a verde) e/ou no sinterizado. Para obtenção de superfícies planas em cerâmicas sinterizadas, a indústria nacional faz uso do moroso, trabalhoso e limitado processo abrasivo de lapidação (FORTULAN, 2010 informação verbal¹; CERAUTO, 2012 informação verbal²).

2.1.2.3.2 Prensagem

A prensagem consiste na compressão do pó ou grânulos em uma matriz ou molde rígido, no caso da prensagem uniaxial, ou em um molde flexível para a prensagem isostática. A conformação por prensagem é sem dúvida a mais utilizada na indústria cerâmica, pois possibilita a fabricação de peças relativamente complexas com tolerâncias dimensionais estreitas e alta produtividade (BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹), principalmente devido ao custo relativamente baixo da prensagem uniaxial (ZIPSE, 1997).

Além disso, o advento da prensagem favorece que algumas das fases posteriores, por exemplo, a secagem e a remoção de ligante, crucial em outros processos de formação como a injeção e a extrusão, sejam, pelo menos, simplificadas. Uma ampla gama de peças de cerâmica é produzida graças às técnicas de prensagem, dentre outros, azulejos, placas, materiais refratários, abrasivos, ferramentas de corte e eletrocerâmicas (FORTULAN, 1997; FORTULAN 1999; BOCH e NIÈPCE, 2007; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

A prensagem uniaxial em uma matriz metálica, com um (simples ação) ou dois pistões (dupla ação), é usada para a produção de peças cuja espessura é maior que 0,5 mm e detalhes apenas na direção da prensagem e relação L/D ~1 (Figura 2.24).

A prensagem isostática, em contra partida, faz uso de um molde flexível, o qual permite a manufatura de geometrias complexas com detalhes nas três direções, bem como formas alongadas, por exemplo, tubos (FORTULAN, 1997; BOCH e NIÈPCE, 2007).

A prensagem requer um bom fluxo do pó e um preenchimento homogêneo da matriz ou do molde a fim de atingir densidades uniformes de um modo reprodutível (SEIDEL, CLAUSSEN e RÖDEL, 1996; SATO, BESSHI e MATSUI, 1998). Aglomerados esféricos com diâmetro superior a 50 µm exibem boa fluidez e atendem ao requisito.

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

² Informação fornecida por Líbero e Stevan da Cerauto Indústria e Comércio LTDA em reunião técnica, em julho de 2011.

Prensagem uniaxial

German (1987) sugere que durante a prensagem uniaxial de pós secos por pulverização ocorrem três estágios distintos, como ilustrado nas Figuras 2.21 e 2.22.

Figura 2.21 – Evolução da porosidade intergranular e intragranular durante a prensagem de pós secos por pulverização (Adaptado de RAHAMAN, 2005).

No início, ocorre o rearranjo dos grânulos, seguido pela deformação ou fragmentação dos grânulos e a eliminação da porosidade entre os grãos (macroporosidade intergranular). Por último, o rearranjo ou fragmentação das partículas elimina a microporosidade inicialmente presente dentro dos grânulos (microporosidade intragranular).

Figura 2.22 – Os três estágios da prensagem (Adaptado de REED, 1995).

A variação na densidade relativa do compactado sob a ação da pressão aplicada resulta, portanto, de dois fenômenos sucessivos, a remoção progressiva de porosidade intergranular, seguido por uma redução da microporosidade, inicialmente presente nos grânulos entre as partículas que os constituem (REED, 1995).

Figura 2.23 – (a) prensagem uniaxial de simples ação e (b) dupla ação (Adaptado de ALBARO, 2001).

Durante a prensagem uniaxial (Figura 2.23) ocorre intenso atrito entre as partículas adjacentes e mais intensos ainda delas com a parede do molde. Como resultado, tem-se um preenchimento heterogêneo do pó na cavidade do molde, obtendo-se uma peça compactada com vários gradientes de densidade (REED, 1995; AYDIN, BRISCOE, SANLITURKB, 1997; ROBERT-PERRON *et al.*, 2005; BOCH e NIÈPCE, 2007; BENCOE, DIANTONIO, EWSUK, 2008; BUKVIC, 2011; BUKVIC *et al.*, 2012). Segundo Albaro (2000), Bukvic (2011) e Bukvic *et al.* (2012) essa heterogeneidade é a principal responsável pela distorção da peça durante a sinterização.

A Figura 2.24 esquematiza os perfis de pressão dentro de uma peça comprimida a partir de um pó não granulado, para o qual a mobilidade de partículas é baixa. Os gradientes de densidade resultantes conduzem, portanto, a retrações diferenciais durante a sinterização (ALBARO, 2000; BENCOE, DIANTONIO e EWSUK, 2008; ROBERT-PERRON *et al.*, 2005; BUKVIC, 2011; BUKVIC *et al.*, 2012), efeito conhecido como "diabolo" (REE, 1988) em prensagem uniaxial de simples ação.

Zipse (1997) afirma que apenas gradiente de densidade inferior a um por cento por milímetro deve ser tolerado em peças cerâmicas e que regiões com gradientes superiores, que

geralmente ocorrem próxima à superfície, devem ser removidas por usinagem cerâmica a verde.

A energia elástica armazenada na peça verde, durante a compressão, leva a uma expansão da peça, chamado de restituição elástica (*springback*), no momento da ejeção do molde. A restituição elástica aumenta com a pressão e compactação em temperaturas abaixo da T_g da fase orgânica. Esse efeito pode ser minimizado, segundo relatam Boch e Nièpce (2007), Reed (1995) e Bukvic (2011), pela adição de plastificantes.

Figura 2.24 – Perfis de pressão em uma peça compactada de pó não granulado (Adaptado de GERMAN, 1987).

As principais falhas encontradas durante a prensagem são a delaminação perpendicular à direção de prensagem e o destacamento da parte superior da peça em contato com o pistão móvel. Essas falhas são, principalmente, devido aos gradientes de pressão dentro da peça, a restituição elástica diferencial entre a parte da peça fora da matriz e a parte ainda tensionada pela matriz durante a ejeção e o atrito peça/matriz. As soluções consistem em: (1) aumentar o comportamento dúctil dos grânulos (plastificante), (2) reduzir o atrito peça/matriz com lubrificante (por exemplo, ácido oleico e etileno glicol - Fortulan, 2010 informação verbal¹) e (3) aumentar a resistência mecânica da peça verde com o uso de ligante (BOCH e NIÈPCE, 2007; REED, 1995; BUKVIC, 2011).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Prensagem isostática

A prensagem isostática é usada para a produção de peças que são difíceis de serem obtidas por prensagem uniaxial, por exemplo, peças alongadas (tubos, velas de ignição e tubos de refratários) e formas complexas.

O método oferece a vantagem de conduzir a uma distribuição mais homogênea da pressão no interior da peça quando submetida a altas pressões. Por esse motivo é usado para produzir peças que requerem densidade elevada e uniforme, principalmente para esferas de rolamentos, moinhos de trituração e próteses médicas (REED, 1995; FORTULAN, 1999; BOCH e NIÈPCE, 2007).

Também empregada para melhorar a compactação de amostras submetidas previamente a outros processos de conformação (FORTULAN, 1997; FORTULAN, 2010 informação verbal¹).

Os grânulos são semelhantes aos preparados para a prensagem uniaxial e geralmente mais dúcteis. Um molde deformável, normalmente feito de silicone ou poliuretano, com a forma da peça a ser produzida, é preenchido com os grânulos. Pressão da ordem de 70 a 500 MPa são utilizadas nesse processo por meio do fluido hidráulico, geralmente óleo ou água com óleo solúvel (emulsão) (REED, 1995; FORTULAN, 1997; BOCH e NIÈPCE, 2007). Segundo Fortulan (2010), a indústria emprega largamente pressões de até 200 MPa, valores acima disso ficam restritos a aplicações especiais e a pesquisas científicas (informação verbal¹).

Variações na concepção de prensas isostáticas foram desenvolvidas, sendo que as principais são agrupadas em prensas isostáticas a frio e prensas isostáticas a quente. As prensas isostáticas a frio são ainda subdivididas em dois grupos, prensas *wet-bag* (Figura 2.25a) e *dry-bag* (Figura 2.25b) (REED, 1995; FORTULAN, 1997; BOCH e NIÈPCE, 2007).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Figura 2.25 – Princípios da prensagem isostática (a) de molde molhado e (b) molde seco (Adaptado de BOCH e NIÉPCE, 2007).

2.1.2.4 Remoção de ligante e pré-queima

A eliminação dos aditivos orgânicos de moldagem (*debinding*) é uma das etapas mais críticas nos processos cerâmicos. Na realidade, caso não seja cuidadosamente controlada, esta etapa gera falhas na peça verde que comprometerão as propriedades finais. Pode levar a tensões internas, aparecimento de trincas, deslocamentos de grãos e formação de resíduos carbonáceos.

Peças espessas ou com importantes variações de seção requerem cuidados especiais na remoção do ligante. Paredes finas têm o ligante extraído primeiro e, conseqüentemente, são enfraquecidas mais rapidamente que seções espessas (GERMAN, 1987; PINWILL, EDIRISINGHE e BEVIS, 1992; FORTULAN, 2010 – informação verbal¹).

A técnica mais comum é a remoção baseada na degradação pirolítica dos aditivos orgânicos. Qualquer espécie orgânica exibe uma cinética de transformação e degradação específica dependendo da temperatura, atmosfera e da natureza do pó cerâmico. A remoção térmica é, por conseguinte, realizada com a colocação das peças em um forno ou estufa e submetendo-as a um ciclo térmico específico, que pode ser em atmosfera redutora ou oxidante (GERMAN, 1987; PINWILL, EDIRISINGHE e BEVIS, 1992).

O aumento da temperatura resulta no amolecimento e, conforme o caso, fusão do ligante, seguido pela degradação das moléculas em espécies voláteis que são eliminadas por transporte em fase gasosa (Figura 2.26).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

Figura 2.26 – Diagrama esquemático do modelo térmico de remoção de ligante por degradação oxidativa. A interface de vapor está a uma distância L da superfície do compactado (Adaptado de GERMAN, 1987).

Figura 2.27 – Falhas da remoção do ligante dependendo da cinética de aquecimento (alumina + polipropileno + cera). (a) peças com 3 mm de espessura e (b) peças com 6 mm de espessura (Adaptado de PINWILL, EDIRISINGHE e BEVIS, 1992).

Os parâmetros do ciclo térmico (taxas de aquecimento, temperaturas e duração dos níveis) devem, assim, ser determinados dependendo destas transformações relacionadas com mecanismos físicos e químicos (Figura 2.27).

A degradação térmica dos aditivos orgânicos é influenciada pela atmosfera, mas também pela natureza do pó. Quando realizada ao ar pode causar a oxidação do polímero e aumentar a cinética de degradação, além de resultar na recombinação de produtos de pirólise e na formação de moléculas mais difíceis de serem extraídas.

A natureza da superfície da partícula cerâmica, particularmente dos óxidos cerâmicos, modifica as reações de degradação e influencia a presença de resíduos carbonáceos indesejáveis, principalmente na queima incompleta entre 500 e 700 °C. Esses resíduos são transformados em carbono em temperaturas acima de 1000 °C.

Com o objetivo de eliminar essas falhas e encurtar o tempo de remoção do ligante, foram desenvolvidas técnicas baseadas na aplicação de sobre ou subpressão, aquecimento por micro-ondas, migração por capilaridade do ligante fundido, sublimação do ligante em fase aquosa e solubilização por reação catalítica ou solventes.

A pré-queima pode ser considerada como uma fase de remoção de ligante. Em alguns casos, a temperatura aliada ao tempo de tratamento térmico inicia o mecanismo de difusão em estado sólido conferindo maior resistência ao corpo, facilitando a obtenção de geometrias complexas por meio da usinagem cerâmica branca (*white ceramic machining*).

2.1.2.5 Usinagem cerâmica branca e verde

Um requisito comum e básico de peças cerâmicas é a fabricação dentro de estreitas tolerâncias por meio da usinagem (AYDIN, BRISCOE e SANLITURK, 1997). Diferentemente dos materiais metálicos, nas cerâmicas a usinagem pode estar presente nas diferentes etapas de fabricação. Por exemplo, após a sinterização (usinagem cerâmica dura – *hard ceramic machining*), posteriormente a sua queima parcial ou pré-queima (usinagem cerâmica branca – *white ceramic machining*) e verde (usinagem cerâmica verde – *green ceramic machining*) (MARINESCU, 2013 informação verbal¹).

Na Figura 2.28, são apresentadas rotas de usinagem para a fabricação de peças pequenas e simétricas (EL-WARDANY *et al.*, 2009).

¹ Informação fornecida por Marinescu no *workshop New Advanced Manufacturing Technologies* realizado pela Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), dias 8 e 9 de agosto de 2013.

O controle da dimensão da peça verde, objetivando alcançar as medidas finais depois de sinterizada, é conhecido por *near-net-shape* (WESTERHEIDE *et al.*, 1997). Geralmente, esta técnica pode ser feita de duas maneiras, a chamada aproximação *bottom-up*, na qual a peça é retirada diretamente do molde, ou a aproximação *top-down*, na qual a forma da peça é dada através da usinagem a verde (DHARA e SU, 2005) a fim de minimizar os custos nas etapas de sinterização e acabamento (KLOCKE, GERENT e SCHIPPERS, 1997; ROBERT-PERRON *et al.*, 2005).

Figura 2.28 – Técnicas de processamento para materiais cerâmicos
(Adaptado de EL-WARDANY *et al.*, 2009).

A usinagem a verde agrega recursos aos métodos de conformação que sozinhos não são capazes de produzir geometrias intrincadas de compactados (SHEPPARD, 1999). Os processos de usinagem são facilitados devido à baixa resistência mecânica apresentada pelo estado não sinterizado do material, permitindo o uso de ferramentas de geometria definida com altas taxas de remoção de material em oposição à retificação da peça sinterizada (MAIER e MICHAELI, 1997; JANSSEN, SCHEPPOKAT e CLAUSSEN, 2008).

Diversos autores, como Maier e Michaeli (1997), Westerheide *et al.* (1997), Albaro (2001), Bencoe, Diantonio e Ewsuk (2008), Bukvic (2011) e Bukvic *et al.* (2012), identificaram menores variações nos gradientes de densidades a medida que se avança em

direção ao centro da peça. A região central tem compactação mais uniforme e menor propensão a deformações de sinterização.

Como a usinagem pode ser conduzida em peças secas ou úmidas, o ligante desempenha importante função. A resistência do compactado depende das propriedades e do volume de ligante empregado, fazendo com que a peça adquira resistência mecânica para manter-se coesa durante o processo de usinagem (SHEPPARD, 1999).

A usinagem a verde pode melhorar as propriedades mecânicas da cerâmica e a rugosidade devido à remoção da camada danificada por processos anteriores que introduzem gradientes de densidade, concentração de tensão e trincas¹ principalmente nas regiões superficiais. Entretanto, as condições de usinagem devem ser controladas cuidadosamente para não introduzir novos defeitos (BUKVIC, 2011; MARGARIDO, 2011; BUKVIC *et al.*, 2012).

2.1.2.6 Sinterização

Nesta etapa do percurso de fabricação, o corpo verde conformado a partir de pós é aquecido a altas temperaturas para alcançar a microestrutura desejada. As alterações que ocorrem durante a sinterização podem ser muito complexas dependendo da estrutura química dos materiais de partida (RAHAMAN, 2005; GERMAN, 1996; REED, 1995).

Sinterização é a consolidação, sob efeito da temperatura, de um material granular não coeso (pó), chamado de compactado (com porosidade em torno de 40%), por meio da união dessas partículas umas com as outras para criar um sólido coeso mecanicamente (BOCH e NIÈPCE, 2007).

Os fenômenos consolidação, densificação, crescimento de grão e reações físico-químicas acontecem simultaneamente na consolidação e muitas vezes competem entre si (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A consolidação envolve a formação de pescoços (*neck*) que unem as partículas umas as outras. A redução da porosidade ocorre durante a densificação (contração de sinterização) e leva a retração. O crescimento dos grãos também pode ocorrer. As reações físico-químicas acontecem no pó e depois no material em consolidação (BOCH e NIÈPCE, 2007).

¹ Em razão do estado não sinterizado, o defeito pode ser melhor definido como delaminação ou desagregação do ligante, uma vez que este tem menor resistência mecânica e se altera plasticamente para acomodar a deformação dos aglomerados e partículas (AUTOR).

Os parâmetros disponíveis para regular a sinterização e controlar o desenvolvimento da microestrutura são, principalmente, a composição inicial do sistema (tamanho e forma das partículas, densidade de compactação do pó) e as condições de sinterização (temperatura, duração, atmosfera e a pressão de tratamento) (BOCH e NIÈPCE, 2007).

O caso mais simples de sinterização é aquele em que se tem um material puro de uma única fase, por exemplo, Al_2O_3 . O sistema é aquecido na faixa de 0,50 a 0,75 da temperatura de fusão, em graus Celsius, em estado sólido. O pó não funde, em vez disso, a união das partículas e a redução da porosidade, conhecida como densificação, ocorre pela difusão atômica no estado sólido (sinterização em estado sólido) (RAHAMAN, 2005).

Rahaman (2005), German (1996) e Reed (1995) concordam que a força motriz para a sinterização é a redução na energia livre interfacial da massa consolidada de partículas, pela diminuição da superfície total do sistema de partículas, através da eliminação da porosidade (Figura 2.29).

Figura 2.29 – Sinterização de quatro partículas. Na sinterização com densificação há a redução da porosidade e retração dimensional: $L_{\text{final}} = L_0 - \Delta L$. Alguns mecanismos não promovem a densificação e permitem apenas o crescimento de grão (Adaptado de KINGERY, BOWEN e UHLMANN, 1976).

Como todos os processos irreversíveis, a **força motriz para a sinterização** é acompanhada pela diminuição da energia livre do sistema. Esta redução acontece juntamente com o decrescimento das interfaces do compactado e da área superficial através dos processos de densificação, crescimento do pescoço e do grão (NAVARRO, 2006).

A mudança na energia livre da superfície, dE , quando um sistema perde área superficial de um valor dS pode ser representada por:

$$dE = \gamma_s \cdot dS, \quad (2.13)$$

onde γ_s é a tensão superficial. Para uma variação volumétrica, dV , durante o processo de variação dE , tem-se:

$$\frac{dE}{dV} = \gamma_s \cdot \frac{dS}{dV} = \gamma_s \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) = \gamma_s \cdot \frac{1}{s}, \quad (2.14)$$

onde R_1 e R_2 são os raios principais da curvatura das partículas em sinterização e s é o raio de curvatura do pescoço (Figura 2.30). Quando o raio é localizado dentro da massa (superfície convexa) tem sinal positivo. Para superfície côncava tem sinal negativo.

Se o fluxo de massa é direcionado a região côncava, a energia livre do sistema diminuirá. O oposto acontecerá quando a direção do fluxo estiver no sentido da convexidade. Como este caso é representado para uma tensão compressiva, σ , a Equação 2.14 pode ser reescrita como:

$$\sigma = \gamma_s \cdot \frac{1}{s} \quad (2.15)$$

Sabe-se que a curvatura do pescoço causa uma tensão de compressão na superfície convexa, onde $\sigma > 0$, e uma tensão de tração, $\sigma < 0$, sobre uma superfície côncava. Esses gradientes de tensão provêm uma força motriz do fluxo para o pescoço, provocando, também, gradientes de concentração de vacâncias, que determinarão o fluxo de matéria de uma região de menor para outra de maior concentração de vacâncias.

Por outro lado, a superfície côncava tem maior concentração de vacâncias que a superfície convexa ou plana. Esta diferença de concentrações provoca o transporte de material por difusão ou via vapor de regiões convexas para côncavas.

Os caminhos de difusão para a densificação e crescimento de grão são mostrados na Figura 2.30 para uma situação idealizada de contato simultâneo entre três partículas esféricas.

Os mecanismos de transporte, que proporcionam a força para o processo de sinterização, determinam como os fluxos de massa respondem à força motriz.

Na Figura 2.30 existem duas classes de mecanismos: transporte superficial e transporte de rede; e cada um está subdividido em diversos mecanismos atômicos que contribuem para o fluxo de massa. Todos estes mecanismos promovem o crescimento do pescoço. Porém, somente os de transporte de rede originam a densificação (NAVARRO, 2006).

Figura 2.30 – Seis diferentes mecanismos podem contribuir para a sinterização de uma massa consolidada de partículas cristalinas: (1) difusão superficial, (2) difusão na rede a partir da superfície, (3) transporte de vapor, (4) difusão no contorno de grão, (5) difusão na rede a partir do contorno de grão e (6) fluxo viscoso. Somente mecanismos 1, 2 e 3 levam a densificação, mas todos causam o crescimento do pescoço e, portanto, influenciam na velocidade de densificação (Adaptado de RAHAMAN, 2005 e BROOK, 1990).

Os mecanismos que atuam no crescimento do pescoço têm diferentes fontes e caminhos, e o pescoço será sumidouro de material. São estes: a difusão superficial e por evaporação - condensação tem como fonte a superfície; a difusão de rede tem como fontes os contornos de grão e a superfície; e o fluxo plástico através dos movimentos das discordâncias consequência das tensões de sinterização (NAVARRO, 2006).

Para a maioria dos materiais, a difusão no contorno de grão é ativada durante a sinterização, os contornos provêm uma via de fluxo efetiva, fazendo com que a massa dos contornos seja depositada na intersecção dos contornos dos grãos (NAVARRO, 2006).

Segundo Rahaman (2005) e Brook (1990), a sinterização pode envolver a competição entre os processos de densificação e crescimento de grãos dependendo das condições de tratamento. O domínio dos processos de difusão de densificação favorecerá a produção de corpos densos (Figura 2.31a). Por sua vez, quando processos de crescimento de grão se sobressaem, corpos cerâmicos extremamente porosos são produzidos (Figura 2.31b). Isso ocorre uma vez que o processo de crescimento de grão reduz a força motriz de densificação.

A velocidade da sinterização é aumentada pela temperatura mais elevada e por tamanho de partícula fino. Os grãos dos policristais sinterizados são geralmente maiores que as partículas iniciais e suas morfologias também são diferentes (RAHAMAN, 2005; BOCH e NIÈPCE, 2007).

Figura 2.31 – (a) Microestrutura de alumina sinterizada sem porosidade entre os grãos cristalinos. (b)

A sinterização do silício levou a formação de uma rede contínua de material sólido (área branca) e porosidade (área escura) sem nenhuma contração durante a mudança microestrutural (BROOK, 1990).

Visando-se aumentar a densificação, pressão externa pode ser aplicada ao corpo durante seu aquecimento. Este método é conhecido como sinterização sob pressão, destacando-se a prensagem a quente (*hot pressing* - HP) e a prensagem isostática a quente (*hot isostatic pressing* - HIP).

As principais vantagens da sinterização sob pressão são: (1) rápida densificação em temperaturas mais baixas pelo aumento da força motriz, que podem ser da ordem de algumas centenas de graus menor que a da sinterização sem pressão externa, (2) engrossamento de

materiais cujo balanço energético interfacial é desfavorável, (3) possibilidade de se alcançar máxima densidade (ou porosidade zero) e (4) limitar o crescimento de grão (RAHAMAN, 2005; BOCH e NIÈPCE, 2007).

Ao mesmo tempo, pode-se conseguir que a peça tenha suas dimensões exatas (*net shape*) sem a necessidade de acabamento extra em determinadas aplicações que requerem exatidão dimensional. Por outro lado, a complexidade técnica do processo associado ao alto custo e limitações geométricas da peça torna-o indicado para tamanhos reduzidos bem como os seus dispositivos pressurizados, que devem ser fabricados de materiais que resistam as temperaturas de sinterização, contudo inferiores à sinterização sem pressão externa (BOCH e NIÈPCE, 2007).

A sinterização sob pressão, por exemplo, é aplicada na produção dos caros rebolos de ligas metálicas (normalmente ferro fundido) e superabrasivos (diamante e CBN) para a técnica de retificação com dressagem eletrolítica em processo contínuo (*ELID grinding*) (OHMORI, MARINESCU e KATAHIRA, 2011).

Evolução da Sinterização

As etapas de sinterização representam a evolução geométrica envolvida nas transformações do pó compacto em um objeto denso e forte; dependendo das condições em que esta se inicia, as etapas podem começar com pó solto ou partículas deformadas com densidade relativamente elevada, sendo esta última preferível para se alcançar corpos com elevadas propriedades mecânicas. Pesquisadores ressaltam que a sinterização não deve ser tratada como uma sequencia de etapas, já que os fenômenos descritos a seguir se desenvolvem paralelamente ao longo do tempo (REED, 1995; GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2005; NAVARRO, 2006).

Etapas inicial - Crescimento do pescoço

Este processo começa com a formação dos contatos durante a compactação, seguida pela formação e crescimento dos pescoços, até o momento em que estes começam a interagirem mutuamente.

Para a condição idealizada de contato entre duas esferas iguais, o crescimento do pescoço pode ser representado matematicamente pela Equação 2.16.

$$\frac{s^N}{R^M} = k \cdot t, \quad (2.16)$$

onde R é o raio da esfera, s o raio da circunferência do pescoço, t o tempo e k é a constante dependente da temperatura. M e N são números que variam de acordo com o tipo de mecanismo de transporte, mostrados na Tabela 2.5.

Tabela 2.5 – Mecanismos de transporte para o crescimento do pescoço.

Mecanismo de transporte	M	N
Fluxo viscoso	1	2
Difusão volumétrica	2	5
Difusão de superfície	3	7
Evaporação – condensação	1	3
Fluxo plástico	1	2
Difusão do contorno de grão	4	6

Fonte: GERMAN, 1996.

O processo de transporte de rede diminui o espaçamento entre as partículas e provoca o crescimento do pescoço, resultando na retração do compactado e a de novos pescoços. A retração ($\Delta L/L_0$) está associada ao modelo matemático apresentado pela Equação 2.17.

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \left[\frac{K \cdot D_V \cdot \gamma \cdot V_V \cdot t}{k_B \cdot T \cdot d^N} \right]^M, \quad (2.17)$$

onde d é o diâmetro dos grãos, D_V é a difusividade aparente de vacâncias de volume V_V e K é um número dependente da geometria.

Para sinterização de partículas não esféricas, existem modelos similares para o crescimento do pescoço.

Etapa intermediária

Importante para a densificação e também para a determinação das propriedades do compactado. Nesta fase acontecem a densificação e o crescimento do grão, sendo característico o formato redondo do poro.

Basicamente, esta etapa dependerá do tamanho, forma e empacotamento das partículas, da composição química dos dopantes que visam elevar o fluxo das vacâncias das espécies e, por último, dos parâmetros da equação da etapa inicial (Equação 2.17).

Etapas final

Comparando as etapas inicial e intermediária com a final, percebe-se que esta ocorre lentamente. Começará com o isolamento dos poros devido ao rompimento do contorno dos grãos, com a posterior eliminação gradual dos poros residuais. Se o crescimento acelerado dos grãos sobrepujar a mobilidade dos poros, estes ficarão isolados do contorno, resultando em uma densificação lenta.

A mobilidade dos poros será consequência da difusão superficial e do contorno de grão e dependerá da temperatura, do tamanho de grão e da energia do contorno de grão.

Os caminhos de difusão dependerão da localização dos poros. Se estes estiverem no contorno de grão, poderão ser eliminados pela difusão através da rede ou dos contornos. Ou, por outro lado, se localizados dentro dos grãos, somente serão extintos pela difusão na rede (REED, 1995; GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2005; NAVARRO, 2006).

2.1.2.7 Acabamento

Para aplicações menos exigentes quanto à forma e dimensão, a sinterização é a última etapa do processamento cerâmico. Já o acabamento pode receber uma fina camada vítrea (esmalte). Alguns exemplos são os isoladores térmicos e elétricos, velas de ignição de motores à combustão interna, cadinhos, tubos, membranas e, principalmente, os produtos oriundos da sinterização sob pressão (HIP) (FORTULAN, 2010 informação verbal¹; CHAMPION, 2010 informação verbal²).

Entretanto, diversas áreas necessitam de acabamento e tolerâncias dimensional e geométrica superiores, consequentemente, essas peças devem passar por outras etapas de processamento após a sinterização, principalmente para conferir-lhes geometrias complexas que não podem ser realizadas apenas pelos processos de conformação cerâmica seguida de sinterização. (HERZIG, 1997; LIU, OHMORI e LIN, 1999; LIM *et al.*, 2002; SINZINGER; JAHNS, 2003; SAGAZAN *et al.*, 2006; FIOCCHI, 2010; FIOCCHI *et al.*, 2011; OHMORI, 2011).

¹ Informação fornecida por Fortulan na disciplina Materiais de Engenharia (SEM 5908), em agosto de 2010.

² Informação fornecida por Champion durante visita técnica ao centro de pesquisa e desenvolvimento de velas de ignição da Champion, Technology Drive, Maumee-OH, EUA, em setembro de 2010.

As demandas por melhores acabamentos superficiais e alta exatidão de componentes ópticos, elétricos e mecânicos estão crescendo com a miniaturização e o aumento de dispositivos de alto desempenho como as lentes, componentes eletrônicos, semicondutores, sensores e micro e nano sistemas eletromecânicos (MENS e NEMS, respectivamente) (HERZIG, 1997; LIU, OHMORI e LIN, 1999; LIM *et al.*, 2002; SINZINGER; JAHNS, 2003; SAGAZAN *et al.*, 2006; FIOCCHI, 2010; FIOCCHI *et al.*, 2011; OHMORI, 2011).

Dentre os métodos disponíveis de remoção de material, a usinagem abrasiva é a mais utilizada pela indústria por conciliar, economicamente, capacidade de remoção de material, correção de forma e qualidade superficial na produção de larga escala. Embora amplamente difundida, a usinagem no estado sinterizado (*hard ceramic machining*) é uma tarefa extremamente difícil por conta das excepcionais propriedades inerentes aos materiais cerâmicos, necessitando de ferramentas de corte superabrasivas, máquinas-ferramenta e sistema de fixação da cerâmica rígidos e mão de obra especializada (MALKIN, 1989; TOMLINSON; NEWTON, 1990; SPUR; SABOTKA, 1991; STÄHLI, 1998; MARINESCU *et al.*, 2004; MARINESCU *et al.*, 2007; FATHIMA *et al.*, 2010; MARINESCU, 2010 informação verbal¹; MARINESCU, 2011 informação verbal²; OHMORI, MARINESCU e KATAHIRA, 2011; MARINESCU 2013 informação verbal³).

O principal desafio tecnológico da usinagem é conciliar alta taxa de remoção de material sem a introdução de defeitos que comprometerão o desempenho do componente. Deve-se, portanto, evitar a formação e propagação de trincas superficiais e subsuperficiais e alterações não controladas da microestrutura (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

O desempenho de componentes ópticos e eletrônicos, tais como as lentes e semicondutores, é fortemente influenciado pela precisão da retificação de superfície, a qual confere a forma (geometria) e polimento (acabamento), provendo produto com acabamento especular (OHMORI, 2011).

¹ Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), em 2010.

² Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Precision Micro-Machining Center da University of Toledo (UT), Toledo-OH, EUA, em setembro de 2011.

³ Informação fornecida por Marinescu no *workshop New Advanced Manufacturing Technology* realizado pela Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), dias 8 e 9 de agosto de 2013.

2.2 Manufatura de Ultraprecisão

Os principais pilares que norteiam a manufatura de ultraprecisão são apresentados a seguir. No item 2.2.1, são abordados os mecanismos de remoção de material. No item 2.2.2, o conceito em constante evolução que visa definir os processos abrasivos de ultraprecisão. Por último, no item 2.2.3, a evolução e as principais características dos processos.

2.2.1 Mecanismo de remoção na usinagem de cerâmicas avançadas

Geralmente, a retificação de materiais duros e frágeis é baseada na geração de microtrincas laterais que deterioram a qualidade superficial. Portanto, a transição de mecanismo de remoção de frágil para dúctil é considerada de extrema importância para a retificação de ultraprecisão (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

O parâmetro mais importante para a transição do comportamento frágil para dúctil na remoção de cavaco é a condição de tensão no material da peça na vizinhança do contato com a aresta cortante. Da teoria da plasticidade e do mecanismo de fratura sabe-se que o grau de deformação plástica depende da temperatura, taxa de deformação, assim como da tensão de tração e compressão multiaxial (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

A Figura 2.32 ilustra a hipótese de Coulomb-Morh, Mohr¹ (1900 *apud* BRINKSMEIER *et al.*, 2010), que descreve os estados de tensão de tração e compressão multiaxial em peças cristalinas e amorfas que não podem tolerar elevadas tensões de tração

A partir desta hipótese foi derivado que campos de tensões hidrostáticas de compressão no plano de cisalhamento são necessários para o corte dúctil de materiais duros e frágeis (KÁRMÁN, 1911; BRIDGMAN, 1947; BRIDGMAN e SIMON, 1953; MARSH, 1964; SAKKA e MACKENZIE, 1969; BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Vários pesquisadores investigaram o comportamento de materiais duros e frágeis submetidos à compressão hidrostática (KÁRMÁN, 1911; BRIDGMAN, 1947 e 1953; MARSH, 1964; SAKKA e MACKENZIE, 1969). Estes trabalhos mostram que esses materiais podem ser usinados no modo dúctil, ou seja, com fluxo visco-plástico de material, se as tensões hidrostáticas de compressão e cisalhamento forem suficientemente altas.

¹ MOHR, O. (1900). Welche Umstände bedingen die Elastizitätsgrenze und den Bruch eines Materials. Zeitschrift des Vereins deutscher Ingenieure, v.24, p.1524-1530 und 1572-1577.

Segundo Brinksmeier, Rickens e Grimme (2001), a profundidade crítica de corte pode ser aumentada de menos de 50 nm, a pressão ambiente, para 850 nm, aproximadamente, sob pressão hidrostática de 200 MPa.

Figura 2.32 – Influência do estado de tensão na resistência à ruptura por cisalhamento, τ_B , tensão de escoamento por cisalhamento, τ_F , e deformação plástica de materiais duros e frágeis (Adaptado de MOHR, 1900 *apud* BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Nos processos abrasivos, o início da remoção de material se dá pelo contato mecânico seguido pelo movimento relativo entre a ferramenta e a peça. A ferramenta (ou disco) que contém os abrasivos fixos aglutinados por um ou mais tipos de ligantes é chamada rebolo. Este contempla o mecanismo de abrasão dois corpos, encontrado principalmente na retificação, para rápida remoção de material (MALKIN, 1989; SHAW, 1996; MARINESCU *et al.*, 2004; MARINESCU *et al.*, 2007).

Quando os abrasivos não estão ancorados, eles estão livres para rolar entre a peça e a superfície funcional de referência, nesse caso, o mecanismo é chamado de abrasão três corpos. Na lapidação, ambos os mecanismos podem acontecer dependendo da ductilidade e acabamento do disco de lapidação, mas preferencialmente há abrasão três corpos (TOUGE e MATSUO, 1996; MARINESCU *et al.*, 2007; EVANS, 2003).

Na Lapidação, segundo Touge e Matsuo (1996), a abrasão três corpos produz taxa de remoção cerca de três vezes maior que a abrasão dois corpos para uma mesma pressão.

Na retificação, no entanto, a ferramenta de grãos fixos remove mais material, pois exerce maior esforço e velocidade de corte devido ao ancoramento do abrasivo e a maior rigidez da ferramenta. Normalmente, quanto maior a dureza/rigidez, resistência mecânica e

adesão do ligante ao abrasivo, maiores serão os esforços admitidos pelo rebolo e remoção (MALKIN 1989, SHAW, 1996; MARINESCU *et al.*, 2004; MARINESCU *et al.*, 2007).

Em virtude das diferenças nas propriedades mecânicas e físicas dos materiais, podem-se distinguir quatro mecanismos envolvidos na remoção de material, ilustrados na Figura 2.33. São eles o microsulcamento (*microplowing*), microcorte (*microcutting*), microtrincamento (*microcracking*) (BUSCH, 1968; SWAIN, 1979; ZUM, 1987; BIFANO e YI, 1992; KOCH, 1992; NAMBA, ABE e KOBAYASHI, 1993) e microranhuramento (*microgrooving*), mais comum na usinagem de vidros (SINHOFF, 1997).

No microsulcamento ocorre, quase que exclusivamente, deformação plástica do material em direção às bordas do sulco com desprezível remoção de material. Na usinagem por abrasão, a interação consecutiva de vários grãos ou a repetida atuação de um grão pode levar ao destacamento da borda do sulco em um baixo número de ciclos pela excessiva deformação plástica oriunda de tensão variável, mecanismo fundamentado pela fadiga de baixo ciclo ou fadiga oligocíclica (*low-cycle fatigue*) (AMZALLAG, LEIS e RABBE, 1982).

O microcorte, por sua vez, é caracterizado pela formação de cavaco com volume muito próximo ao do sulco gerado. A presença tanto do microsulcamento quanto do microcorte se verifica, principalmente, durante a usinagem de materiais dúcteis ou na usinagem de material frágil em regime dútil.

Nas frágeis cerâmicas, é comum observar o mecanismo de remoção por microtrincamento, no qual as trincas se formam e se propagam lateralmente, levando ao destacamento de material. Neste caso, o volume removido pode ser várias vezes superior ao volume do sulco, uma vez que as arestas de corte encontram superfícies fragilizadas por usinagens anteriores (ZUM, 1987).

O microranhuramento, da mesma forma que o microsulcamento, provoca grande deformação plástica da peça. Altas tensões de compressão são consequência direta do desgaste da aresta de corte que tenta esmagar a superfície, aumentando a pressão específica de corte (SINHOFF, 1997).

Os mecanismos de microranhuramento e microsulcamento podem acontecer também em vidros e dependem do raio de ponta do grão e da sua geometria global (MARSH, 1964; ZUM, 1987). Estes mecanismos promovem não só deformação lateral, mas também a compressão do material na direção da usinagem (SCHINKER e DÖLL, 1987). O aumento da profundidade de corte promove o microcorte. Eventualmente, aumento extra da profundidade de corte conduz ao microtrincamento subsuperficial da peça.

Figura 2.33 – Interação física entre partículas abrasivas e a superfície da peça na retificação (Adaptado de ZUM, 1987 e SINHOFF, 1997).

Foi a partir da década de 1990 que pesquisadores começaram a prestar mais atenção aos aspectos da microestrutura cerâmica no intuito de melhorar sua usinabilidade e não somente através dos estudos das influências dos parâmetros de usinagem. Pesquisas demonstraram que cerâmicas com microestrutura heterogênea (consistindo de grãos grosseiros e alongados, presença de segunda fase e contornos de grãos fracos) suportam acentuadas taxas de remoção e frequentemente menores esforços de retificação em comparação as microestruturas mais homogêneas (PADTURE *et al.*, 1995; XU e JAHANMIR, 1995a).

A ligação entre a microestrutura e o modo de remoção de material na usinagem abrasiva está relacionada ao efeito do controle da microestrutura no comportamento das cerâmicas. A natureza do dano subsuperficial na retificação de cerâmicas heterogêneas ocorre na forma de microtrincas intergranulares distribuídas e desalojamento de grãos, ao contrário de grandes trincas intragranulares nos materiais mais homogêneos (XU e JAHANMIR, 1995b; XU, JAHANMIR e IVES, 1996).

A resistência à fratura é menos afetada pela formação de microtrincas em cerâmicas heterogêneas (PADTURE *et al.*, 1995; XU e JAHANMIR, 1995a; XU e JAHANMIR, 1995b; XU, JAHANMIR e IVES, 1996).

Koch^{1,2} (1991 e 1992), König e Meyer³ (1993) *apud* Brinksmeier *et al.* (2010) demonstraram que a geração de pressão isostática e a manutenção da espessura crítica de cavaco são pré-requisitos para a retificação dúctil isenta de trincas em vidros ópticos. A retificação livre de falhas em regime dúctil de materiais duros e frágeis requer uma espessura máxima de cavaco, $h_{cu,max}$, que não exceda a espessura específica crítica de cavaco do material, $h_{id,crit}$, para não iniciar trincas.

¹ KOCH, N. (1991). Technologie zum Scheifen asphärischer optischer Linsen. German Ph.D. Thesis, Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen.

² KOCH, N. (1992). Duktile Bearbeitung optischer Gläser zur Herstellung asphärischer optischer Linsen. Industrial Diamond Review IDR, v.2, p.118-126.

³ KÖNIG, W.; MEYER, H.P. (1993). Überwachung des Abricht- und Schleifprozesses – ein wichtiger Schritt für die automatisierte Schleifbearbeitung. Jahrbuch Schleifen Honen Läppen und Polieren, v.57, p.217-233.

Ensaaios de indentação realizados por Marshall, Lawn e Cook (1987) relacionaram a espessura específica crítica de cavaco dos materiais com o módulo de Young, E , dureza Knoop, HK , e a tenacidade à fratura crítica, K_{Ic} , na qual $h_{id,crit}$ pode ser estimada por:

$$h_{id,crit} \sim \left(\frac{E}{HK} \right) \left(\frac{K_{Ic}}{HK} \right)^2, \quad (2.18)$$

Bifano¹ (1988) e Bifano, Dow e Scartegood^{2,3} (1988 e 1991) *apud* Brinksmeier *et al.* (2010) determinaram a constante de proporcionalidade da Equação 2.18 por meio de ensaios de indentação e $h_{id,crit}$ baseado nos processos de retificação para determinar a transição dúctil-frágil. Em ensaios de retificação de diferentes materiais frágeis foi encontrado o valor de aproximadamente 0,15 para a constante.

Koch⁴ (1992) *apud* Brinksmeier *et al.* (2010) determinou a profundidade crítica de corte, $a_{e,crit}$, para diferentes tipos de vidros ópticos e para a cerâmica vítrea Zerodur (Figura 2.34). Dependendo principalmente das propriedades do material, $a_{e,crit}$ pode variar de poucos nanômetros até alguns micrometros.

Esses resultados foram confirmados, de acordo com Brinksmeier *et al.* (2010), por experimentos de usinagem de vidros com ferramenta especial de apenas uma aresta, no caso uma única partícula abrasiva, (MOLLY, SCHINKER e DOELL, 1987; SCHINKER e DÖLL, 1987; YOSHIOKA *et al.*, 1982), materiais semicondutores (DANYLUK, 1986) e cerâmicas técnicas (SWAIN, 1979; TOH e MCPHERSON, 1986), que demonstraram a dependência do mecanismo de remoção com a profundidade e forças de corte.

Segundo Huang (2003), a zircônia Y-PZT apresenta transição dúctil-frágil em profundidades de retificação muito superiores a maioria das cerâmicas, aproximadamente 0,5 μm .

¹ BIFANO, T.G. (1988). Ductile Regime Grinding of Brittle Materials. Thesis (PhD) - North Carolina State University, 1988. Raleigh, North Carolina.

² BIFANO, T.G.; DOW, T.A.; SCATTERGOOD, V. (1991) Ductile-Regime Grinding: A new Technology for Machining Brittle Materials. In: ASME, 113., 1991. Journal of Engineering for Industry Transactions of the ASME. p.184-189.

³ BIFANO, T.G.; DOW, T.A.; SCATTERGOOD, R.O. (1988). Ductile-regime grinding of brittle materials: experimental results and the development of a model. In: SPIE, 1988, local. Proceedings of the SPIE. p.108-115.

⁴ KOCH, N. (1992). Duktile Bearbeitung optischer Gläser zur Herstellung asphärischer optischer Linsen. Industrial Diamond Review IDR, v.2, p.118-126.

Figura 2.34 – Profundidade de corte crítica, $a_{e,crit}$, de vidros ópticos (Adaptado de KOCH, 1992).

Exclusivamente em relação aos materiais frágeis policristalinos, sobretudo os de contornos de grãos fracos como as cerâmicas de grãos grosseiros e/ou heterogêneos, também se observa a remoção de material produzida pela propagação de trincas nos contornos de grãos, fazendo com que eles sejam desalojados do material. Neste caso, a sucessiva passagem da ferramenta sobre a peça, após cada passe, faz com que as trincas se propaguem cada vez mais, e o volume de remoção de material aumente substancialmente, através desse mecanismo de fratura intergranular (ZUM, 1987; JAHANMIR, RAMULU e KOSHY, 1999).

2.2.2 Retificação de ultraprecisão

Embora seja compartilhado um conceito intuitivo sobre o que a usinagem de ultraprecisão é ou deveria ser, Brinksmeier *et al.* (2010) afirmam que não é uma tarefa fácil estabelecer um conjunto de critérios que poderiam definir objetivamente o processo de retificação de ultraprecisão (UP), uma vez que ele explora dinamicamente diferentes métodos e conceitos tecnológicos. Não há consenso da qualidade superficial e integridade subsuperficial alcançáveis pela retificação UP. Qualquer tentativa de caracterizar a retificação UP no seu estado atual, portanto, deve levar em conta sua natureza inovadora e limitações inexploradas. Nessa situação, o melhor que pode ser feito é estabelecer-se um objetivo tecnológico ideal e se perguntar se ele foi alcançado ou o quanto distante se está desta meta.

Diversos trabalhos foram publicados nos últimos 40 anos abordando o tema. Tanigushi (1983) descreveu a usinagem UP como tecnologias capazes de alcançar ou que tenham produzido a melhor exatidão dimensional. Dornfeld, Min e Takeuchi (2006) seguidos por Lee *et al.* (2006) atualizaram a proposta de Tanigushi (Figura 2.35).

Figura 2.35 – Desenvolvimento da exatidão de usinagem alcançável (Adaptado de LEE *et al.*, 2006 após TANIGUSHI, 1983).

Brinksmeier *et al.* (2010) argumentam que deveria se esperar da retificação UP de materiais frágeis uma qualidade superficial e integridade subsuperficial similar à atingível pelo torneamento e fresamento UP de materiais dúcteis que comumente empregam ferramenta de diamante. Os pesquisadores ainda ressaltam que existem diferentes abordagens para a retificação UP, entretanto, algumas das características essenciais são compartilhadas. Por conseguinte, a retificação UP é um processo de remoção de material que:

- (1) emprega grãos abrasivos fixos, para distingui-la da lapidação e do polimento,
- (2) possui um contato intermitente com a superfície da peça, para distingui-la do brunimento, e
- (3) a superfície abrasiva é caracterizada por pelo menos um parâmetro de distribuição estatística, dessa forma excluindo o fresamento, mas incluindo a retificação com rebolos especialmente projetados (*engineered wheels*).

(4) um processo de retificação de ultraprecisão deveria fornecer superfícies funcionais com um acabamento adequado às aplicações ópticas, mas não exclusivamente.

(5) valor médio quadrático de exatidão menor que $< \lambda/10$ com $\lambda < 1 \mu\text{m}$,

(6) rugosidade $S_q < \lambda/100$,

(7) zona subsuperficial livre de danos para evitar o espalhamento de luz, no caso de materiais ópticos transparentes, e/ou formação de trincas, com ou sem carregamento. Além disso, o processo de retificação de ultraprecisão deve ser determinístico como os outros processos de usinagem de ultraprecisão.

(8) tolerâncias geométrica, rugosidade e controle de dano deveriam ser obtidos em uma única etapa de usinagem para evitar usinagem adicional ou iterativa e teste.

Esta última característica é o maior desafio para a retificação de ultraprecisão, uma vez que somente pode ser realizada em máquinas-ferramenta especiais de alta rigidez de laço e rebolos especiais que não apresentam desgaste significativo ou se desgastam de uma maneira previsível durante a operação (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

É claro que só muito poucas técnicas de retificação desenvolvidas até hoje cumprirão todos estes requisitos. Portanto, a retificação de ultraprecisão em seu estado atual poderia ser definida como um processo que é razoavelmente próximo ou visa atingir os requisitos acima, onde o significado exato dessa afirmação deve ser deixado em aberto para discussão (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Além do interesse acadêmico na retificação UP, uma importante preocupação prática é a redução dos custos da usinagem. Supõe-se que em um futuro não tão distante a retificação UP substituirá muitos dos processos tradicionais que demandam muito tempo, como o *fine grinding* + lapidação e/ou polimento, que em muitos casos tornam a produção economicamente inviável (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Na literatura, vários são os termos empregados para os processos abrasivos de retificação UP. Livremente traduzidos para a língua portuguesa destacam-se a retificação de precisão (*precision grinding*), microrretificação (*microgrinding*) (MIYASHITA, 1985), retificação de regime dúctil (*ductile-regime grinding*) (BIFANO, 1988; BIFANO, DOW e SCATTERGOOD, 1991; BIFANO e BIERDEN, 1997), usinagem de acabamento de regime dúctil (*ductile-regime finish machining*) (NGOI e SREEJITH, 2000), usinagem semi dúctil (*semi-ductile machining*), usinagem em modo semi dúctil (*semi-ductile mode machining*) (ZHONG e VENKATESH, 1995; ZHONG, 2002), remoção em regime dúctil (*ductile-regime removal*) (KOMANDURI, LUCCA e TANI, 1997; SHAW, 1995 e 1996),

lapidorretificação U_d (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011), retificação ELID (*ELID grinding*) (MURATA, OKANO e TSUTSUMI, 1985; OHMORI e NAKAGAWA, 1990; OHMORI *et al.*, 2001; OHMORI, 2002; OHMORI *et al.*, 2002; OHMORI, MARINESCU e KATAHIRA, 2011), nanorretificação (*nanogrinding*) (GATZEN; MAETZIG; SCHWABE, 1996; GATZEN; MAETZIG, 1997; GATZEN, 2000; GATZEN; BECK, 2003) e lapidorretificação ELID (*ELID-lap grinding*) (ITOH e OHMORI, 1996; MARINESCU *et al.*, 2011).

Em geral, o termo “retificação de ultraprecisão” é utilizado na literatura como um processo de retificação para geração de peças com baixa rugosidade, alta exatidão de forma e alta integridade superficial. Este processo baseia-se no mecanismo de remoção de material que está na fronteira da transição frágil-dúctil com pouco ou nenhum dano subsuperficial (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

A Figura 2.36 mostra que os materiais dúcteis são geralmente usinados por ferramentas de geometria definida. Estes processos são muito bem compreendidos e quase determinísticos. Consequentemente, a tecnologia de usinagem UP com aresta definida serve como base para uma caracterização geral da retificação UP (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Figura 2.36 – Classificação da usinagem de ultraprecisão dependendo do material, mecanismo de remoção e processo (Adaptado de BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Entretanto, a retificação UP não é completamente caracterizada por critérios de qualidade. A retificação UP é um processo abrasivo que depende também do material da peça a ser usinado. Além disso, é um processo abrasivo muito específico que requer rebolos de grãos ultrafinos, abrasivos resistentes ao desgaste, pequeno batimento radial dos *spindles* e máquinas-ferramenta de alta rigidez de laço estrutural. O processo de retificação UP é caracterizado por remoção de material com profundidades de corte na faixa submicrométrica

frequentemente em regime dúctil, pequenos avanços e taxas de remoção e velocidades de corte de até 30 m/s (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

2.2.3 Evolução dos processos abrasivos especiais

Durante as três últimas décadas, a academia e a indústria têm procurado responder as demandas por máquinas-ferramenta e processos de fabricação que necessitam produzir componentes mecânicos com exatidão de forma e acabamento na faixa dos nanômetros ou até mesmo angstroms. Porém, estas características de qualidade são muito difíceis de serem alcançadas com os processos convencionais, como a retificação e a lapidação. Na tentativa de satisfazer as novas necessidades da indústria, pesquisadores têm combinado (não exclusivamente) a usinagem à pressão constante, a cinemática da lapidação, ferramentas abrasivas de grãos fixos e a sua afiação empregando alguma operação específica preliminar e/ou em processo contínuo durante a usinagem. Por não serem lotados dentro uma classificação normalizada ou mesmo de ampla aceitação, Fiocchi (2010), Sanchez, Xu Jun, e Fiocchi (2011) e Fiocchi *et al.* (2011) segregaram alguns desses processos dentro do que nominaram processos especiais. Alguns exemplos destes são a nanorretificação, a lapidorretificação, a retificação e a lapidorretificação ELID e, no Brasil, a lapidorretificação U_d (MURATA, OKANO e TSUTSUMI, 1985; SALJÉ e PAULMANN, 1988; OHMORI e NAKAGAWA, 1990; STÄHLI, 1998; FIOCCHI, 2010; FATHIMA *et al.*, 2010; SANCHEZ, XU JUN, e FIOCCHI, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011; OHMORI, MARINESCU e KATAHIRA, 2011).

Os três principais processos abrasivos de usinagem que servem de base para a criação de novas técnicas de usinagem são a retificação, a lapidação e o polimento. Além disso, são, nesta sequência, os mais utilizados, por exemplo, pela indústria óptica (lentes, espelhos etc.), bombeamento de fluidos (selos mecânicos, válvulas cerâmicas etc.) e eletrônica (cabeçote de leitura e gravação de dado digital de disco rígido), além de micro e nano componentes integrantes da nova geração de sistemas eletromecânicos, mas todos apresentam limitações e, por essa razão, são alvos de estudo com vista às exigências mais específicas (HERZIG, 1997; SINZINGER e JAHNS, 2003; SAGAZAN *et al.*, 2006).

2.2.3.1 Retificação

A retificação é a técnica mais utilizada para correção da forma de componentes usinados por processos anteriores, porém muitos desses componentes necessitam de acabamento mais fino do que a retificação longitudinal periférica (três exemplos superiores da Figura 2.41) é capaz de proporcionar. Somado a esta limitação, existem problemas tais como o calor gerado no processo, que pode afetar as propriedades mecânicas ao introduzir transformações microestruturais e a deformação de peças finas durante a fixação (TOMLINSON e NEWTON, 1990; SPUR e SABOTKA, 1991; STÄHLI, 1998; FATHIMA *et al.*, 2010).

Diferentemente dos metais ferromagnéticos, que podem ser eficientemente fixados na máquina-ferramenta por meio de placas magnéticas, a fixação da peça cerâmica é feita por técnicas mecânicas, destacando-se os grampos, os adesivos e as placas de vácuo (KÖNIG *et al.*, 1991; ARAI *et al.*, 2009; TANG e KANG, 2011; DISCO CORPORATION, 2012).

2.2.3.1.1 Dressagem do rebolo

Uma importante característica do processo de retificação reside na operação de dressagem, ou seja, na reafiação do rebolo quando se verifica queda do desempenho do processo. A superfície desgastada do rebolo é removida dando lugar a uma nova camada de grãos abrasivos restabelecendo-se, portanto, a capacidade de corte (KÖNIG, 1980; FOELLINGER, 1985; OLIVEIRA, 1988; MARINELLI FILHO, COELHO e OLIVEIRA, 1999; BRINKSMEIER *et al.*, 2010; FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011; SANCHEZ, JUN e FIOCCHI *et al.*, 2011).

A dressagem mecânica pode ser feita por dressadores estáticos ou rotativos, sendo os estáticos de ponta única ou conglomerados (FIOCCHI, 2010). Os de ponta única preferencialmente para rebolos convencionais de ligante resinóide. Os dressadores rotativos são basicamente rebolos que podem se movimentar de diferentes maneiras para conferir forma e agressividade ao rebolo dressado (MARINESCU *et al.*, 2007).

De acordo com Kaliszer e Trmal (1976), Verkerk e Pekelharing (1979), König (1980), Keeg (1983), Oliveira (1988), Oliveira (1989), Matsui e Tamaki (1986), Malkin (1989), Doman, Warkentin e Bauer (2006), Linke (2008), Fiocchi (2010), Sanchez, Jun e Fiocchi *et al.* (2011) e Wegener *et al.* (2011) a compreensão dos métodos e mecanismos de dressagem dos rebolos é fundamental para o desempenho da retificação. Segundo a literatura,

quando se trata de retificação, é comum encontrar diferentes nomenclaturas relacionadas à operação de dressagem, dependendo do autor e da região, como, por exemplo, perfilamento (*truing*), avivamento (*conditioning*) e dressagem (*dressing*). No entanto, o senso geral converge para as definições a seguir.

Considera-se perfilamento a operação empregada com a finalidade de se obter uma concentricidade entre a face de trabalho e o eixo de rotação do rebolo e, caso seja necessário, gerar um perfil específico. Por esse motivo, a designação perfilamento. Simultaneamente, tem a capacidade de remover qualquer partícula estranha ancorada na face de corte do rebolo e renovar a camada de abrasivo desgastada (KÖNIG, 1980; OLIVEIRA, 1988; OLIVEIRA, 1989; MALKIN, 1989; MARINESCU *et al.*, 2007; FIOCCHI, 2010).

Avivamento é uma operação mais específica, dirigida à remoção do ligante (ou liga) nas vizinhanças das partículas abrasivas, dando maior exposição aos grãos (KÖNIG, 1980; OLIVEIRA, 1988; OLIVEIRA, 1989; MALKIN, 1989; MARINESCU *et al.*, 2007; FIOCCHI, 2010).

A Dressagem é tida como uma operação mais completa, que pode incluir o perfilamento e/ou avivamento, cujo objetivo é alcançar o melhor desempenho na retificação (KÖNIG, 1980; OLIVEIRA, 1988; OLIVEIRA, 1989; MALKIN, 1989; MARINESCU *et al.*, 2007; FIOCCHI, 2010).

Segundo Pricken (1999) e Fiocchi (2010), no meio industrial, o termo dressagem pode se referir simplesmente à operação de avivamento ou, até mesmo, à operação simultânea de perfilamento e avivamento. Na Europa, o avivamento pode ser chamado de *sharpening* (afiação) e o perfilamento de *profiling*.

Como resultado da operação mecânica de dressagem com dressador de ponta única, dois efeitos simultâneos surgem pela passagem do dressador sobre a superfície do rebolo: o **macroefeito** e o **microefeito**.

O macroefeito está relacionado à forma do perfil da superfície do rebolo gerado pela geometria da ponta do dressador, sob as condições de dressagem selecionadas. Além dos grãos serem arrancados e fraturados, a cinemática relativa conduz uma topografia em forma de rosca/espiral na superfície do rebolo que influencia o desempenho da retificação. Dressadores estáticos com geometria de ponta conhecida (lapidada) são ferramentas que possibilitam o estudo mais claro do macroefeito de dressagem (VERKERK e PEKELHARING, 1979; KÖNIG, 1980; OLIVEIRA, 1988; OLIVEIRA, 1989; MALKIN, 1989; MARINESCU *et al.*, 2007; FIOCCHI, 2010).

O microefeito, por sua vez, está relacionado ao efeito da fratura dos abrasivos sobre a ação de corte na peça. A ação do dressador cria novas arestas nesses grãos. Dessa forma, a agressividade produzida depende fundamentalmente da friabilidade do abrasivo e das condições de dressagem empregadas (VERKERK e PEKELHARING, 1979; KÖNIG, 1980; OLIVEIRA, 1988; OLIVEIRA, 1989; MALKIN, 1989; FIOCCHI, 2010).

Segundo König e Messer (1980) e Foellinger (1985), a operação mecânica de dressagem influencia fortemente o processo de retificação, dependendo da maneira como é executada, e para seu controle é definido um parâmetro denominado grau de recobrimento (U_d), definido na Equação 2.19.

$$U_d = \frac{b_d}{S_d}, \quad (2.19)$$

onde: b_d é a largura de dressagem, para um determinado valor de profundidade de dressagem (a_d) e passo de dressagem (S_d).

A Figura 2.37 representa graficamente o macroefeito proveniente da interação do dressador com o rebolo, de acordo com as grandezas envolvidas na dressagem.

Figura 2.37 – Região de contato entre dressador e rebolo (FIOCCHI, 2010).

De um modo geral, observa-se que a dressagem executada com valores de U_d próximos a 1 (S_d igual a b_d) produz máxima taxa de remoção na retificação, enquanto U_d entre 4 e 5 dá ao processo de retificação melhor acabamento superficial. Segundo Oliveira (1989), Fiocchi (2010), Fiocchi e Sanchez (2011), Fiocchi *et al.* (2011) e Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011) um mesmo rebolo pode executar as operações de desbaste e acabamento, bastando, para isso, escolher convenientemente o valor do U_d .

Foellinger (1985), Oliveira (1988), Fiocchi (2010), Fiocchi e Sanchez (2011), Fiocchi *et al.* (2011) e Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011) ressaltam que o grau de recobrimento (U_d) é considerado um excelente caracterizador das condições de afiação do rebolo.

Uma revisão detalhada sobre a dressagem mecânica de rebolos pode ser encontrada nos trabalhos de Verkerk e Pekelharing (1979), Foellinger (1985), Matsui e Tamaki (1986), Oliveira (1988), Coelho (1991), Oliveira e Dornfeld (1994), Oliveira e Dornfeld (2001), Fiocchi (2010), Oliveira, Bottene e França (2010), Fiocchi e Sanchez (2011), Fiocchi *et al.* (2011) e Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011).

Na dressagem eletroquímica as duas operações mais aplicadas são a perfilagem (*truing*) e a dressagem (*dressing*) do rebolo, que têm a tarefa de criar o perfil adequado da ferramenta por meio de uma operação de perfilagem antes do processo (macrogeometria) e adequada protrusão de abrasivos pela operação de afiação (microgeometria). Na dressagem eletroquímica não ocorre a fratura do grão (microefeito) tal qual na dressagem mecânica. Ao contrário, a afiação se dá pelo desprendimento da camada desgasta e a exposição de novas arestas de corte (KLINK, 2009; BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

O perfil e a protrusão devem ser mantidos durante a retificação. Se necessário, ciclos de perfilamento e dressagem adicionais devem ser sobrepostos (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Rebolos de grãos ultrafinos são frequentemente utilizados para a usinagem de precisão de superfícies funcionais de qualidade óptica (exatidão de forma e rugosidade). Nestes casos em particular, a combinação de sistemas de ligas metálicas, elevada confiabilidade de perfil e excelente resistência ao desgaste permitem alcançar elevada taxa de remoção de material (BRINKSMEIER *et al.*, 2010, MARINESCU *et al.*, 2011).

Brinksmeier *et al.* (2010) e Marinescu (2011) afirmam que a perfilagem e a dressagem convencionais são difíceis nestes rebolos. Durante entrevista, Marinescu (2010, 2011 e 2013) afirmou que dressadores de ponta única de diamante se desgastam quase que instantaneamente devido a elevada dureza dinâmica dos rebolos de ligantes metálicos e por essa razão não há literatura disponível nem aplicação industrial da técnica (informação verbal)^{1,2,3}.

¹ Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), em 2010.

² Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Precision Micro-Machining Center da University of Toledo (UT), Toledo-OH, EUA, em setembro de 2011.

³ Informação fornecida por Marinescu no *workshop New Advanced Manufacturing Technology* realizado pela Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), dias 8 e 9 de agosto de 2013.

Devido à pequena profundidade de corte na retificação UP e a pequena espessura de cavaco, o rebolo não sofre autoafiação. Portanto, pesquisadores estão focados no desenvolvimento de preprocessos e processos contínuos de perfilagem e dressagem (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Técnicas de remoção térmica e eletroquímica de material não fazem uso de contato mecânico entre o rebolo e o dressador como nas técnicas convencionais. Portanto, pode ser evitado o dano mecânico do rebolo, assim como o elevado desgaste do dressador (KLINK, 2009).

Klocke e König (2007) e Klink (2009) demonstraram que, antes da retificação, o perfil do rebolo pode ser alterado por meio da usinagem por descarga elétrica (EDM). A Figura 2.38 apresenta diferentes abordagens investigadas por Klink (2009).

Figura 2.38 – Variações do processo de descarga elétrica dos métodos de perfilagem e dressagem circunferencial de rebolo (Adaptado de KLINK, 2009).

Grande flexibilidade e praticamente qualquer macro ou mesmo microgeometria pode ser alcançada sem a necessidade de compensação extra de desgaste por meio da EDM a fio. A geometria do eletrodo pode ser escolhida de forma a melhorar a rigidez e, portanto, a oportunidade de maior remoção de material.

Para evitar dano térmico nos pequenos grãos de diamante, são aplicadas descargas elétricas de pequena energia. O processo permite o controle preciso da corrente e tensão elétricas, tempo e intervalo de duração do pulso para criar a protrusão ideal do abrasivo.

Perfilagem e dressagem do rebolo por EDM podem ser feitas em máquinas EDM convencionais ou diretamente nas retificadoras (Figura 2.39). No último caso, são evitadas as distorções de fixação e diferenças de alinhamento entre os sistemas (SUZUKI, UEMATSU e NAKAGAWA, 1987).

Figura 2.39 – Princípio de perfilagem e dressagem por descarga elétrica na máquina-ferramenta (Adaptado de SUZUKI, UEMATSU e NAKAGAWA, 1987).

Na retificação UP de materiais duros e frágeis, a afiação da ferramenta influencia o desempenho do processo. O sucesso da retificação UP depende de condições de corte estáveis do rebolo durante todo o ciclo de usinagem (BRINKSMEIER *et al.*, 2010).

Uma vasta revisão sobre dressagem EDM é encontrada nos trabalhos de Suzuki, Uematsu e Nakagawa (1987) e Klink (2009).

2.2.3.2 Retificação ELID

A remoção eletroquímica de material (ECM) pode ser eficientemente usada para a dressagem contínua de rebolos. O ligante metálico, ou condutor elétrico, é continuamente removido durante a retificação assistida por eletrólise. Portanto, a remoção eletroquímica da liga faz com que sempre haja abrasivos afiados e íntegros à disposição. O fluido de corte de retificação serve também como eletrólito para o processo ECM.

Este processo é conhecido como dressagem eletrolítica em processo contínuo, traduzido de *Electrolytic in-process dressing* (ELID), que vem se popularizando desde o início da década de 1990 (MURATA, OKANO e TSUTSUMI, 1985; OHMORI e NAKAGAWA, 1990; OHMORI, 2011).

Introduzida no Japão por Murata (1985), aperfeiçoada por Ohmori (1990) e Ohmori e Nakagawa (1995), extensivamente estudada no instituto RIKEN e comercializada pela empresa NEXSYSTM Corporation, a técnica estende a possibilidade de utilização de tamanhos de abrasivos muito finos, de 3 μm a ~5 nm, para a usinagem com acabamento espelhado de materiais duros e frágeis, ópticos e não-ópticos.

O aspecto mais importante e significativo sobre a técnica *ELID* reside na retificação com qualidade superficial espelhada (ITOH e OHMORI, 1996; OHMORI, 2011).

Os finos abrasivos (diamante, CBN, CeO_2 , SiO_2) são geralmente aglutinados por ligas metálicas ou metálica-resinóides, com o objetivo de fornecer melhor resistência durante a retificação. A eletrólise da liga em processo contínuo oxida certa camada do rebolo, reduzindo sua resistência mecânica e promovendo sua autoafiação (OHMORI e NAKAGAWA, 1995; QIAN, LI e OHMORI, 2000; STEPHENSON *et al.*, 2001; RAHMAN, SENTIL KUMAR e BISWAS, 2009; OHMORI, MARINESCU e KATAHIRA, 2011; OHMORI, 2011).

A formação do óxido (isolante elétrico) na superfície do ânodo evita o desgaste excessivo do rebolo. Somente pela remoção mecânica desta camada durante a retificação que a eletrólise continuará. Por meio de parâmetros adequados alcança-se um equilíbrio dinâmico entre o crescimento da camada oxidada e sua remoção. Isso resultará em uma condição de dressagem estável e, portanto, em um processo de retificação de acabamento ou desbaste estável (OHMORI e NAKAGAWA, 1995; BRINKSMEIER *et al.*, 2010). O princípio da retificação *ELID* é apresentado na Figura 2.40.

Figura 2.40 – Representação esquemática da retificação *ELID*
(Adaptado de OHMORI e NAKAGAWA, 1995).

Segundo Fathima *et al.* (2003), o custo inicial de implantação do método é baixo, pois não requer grandes alterações na máquina-ferramenta. Uma fonte externa de corrente contínua pulsada similar à empregada na técnica *EDM*, a fixação de um eletrodo espaçado de 0,1 a 0,3 mm do rebolo e um fluido eletrólito são os elementos essenciais para o funcionamento desta técnica.

Ohmori (2011) relata que a liberação de íons hidroxila (OH^-) além de desempenhar papel fundamental na oxidação do ligante, também promove a formação de um filme fino resistente à corrosão na superfície de alguns materiais. Dessa forma, tornando a técnica interessante para retificação de materiais de moldes suscetíveis à oxidação e vários produtos médicos, como implantes odontológicos e articulações artificiais.

2.2.3.3 Lapidação

Assim como a retificação, a lapidação pertence ao grupo dos processos de usinagem com geometria da aresta de corte não definida (DIN 8589 parte 15). Ao contrário da retificação e brunimento, as arestas de corte são formadas, em parte, por abrasivos soltos, embebidos em um veículo (fluido) entre o disco de lapidação e a peça, assumindo uma trajetória cinemática característica (FIOCCHI, 2010).

Segundo Fiocchi (2010), diversos autores como Spur e Stöferle (1980), Salje e Paulmann (1988), Venkatesh *et al.* (1995), König e Klocke (1996), Eversheim e Schuh (1996), Komanduri, Lucca e Tani (1997) e Evans *et al.* (2003) afirmam que a lapidação é um dos processos de usinagem que permitem a obtenção de excelentes qualidades de rugosidade, de forma e tolerâncias dimensionais estreitas. Caso necessário, as superfícies lapidadas oferecem base adequada para posterior polimento. A lapidação, apesar de ser um processo abrasivo de baixa taxa de remoção de material (TRM), quando comparada aos outros processos tradicionais, elimina muitos dos problemas encontrados na retificação.

No entanto, os problemas da lapidação não residem apenas no longo tempo de usinagem de uma peça, mas também na dificuldade em selecionar um conjunto de parâmetros adequados para satisfazer as especificações de acabamento de uma peça, uma vez que o número de variáveis é bastante amplo como, por exemplo: (1) abrasivos: tamanho da partícula, tipo, friabilidade e forma; (2) parâmetros do processo: velocidade, carga, tempo de lapidação; (3) materiais: da peça e do disco de lapidação; (4) veículo: tipo, concentração e quantidade aplicada. Além disso, o desperdício de abrasivo em estado ainda útil, expulso do disco de lapidação pela força centrífuga, constitui um aspecto negativo, sobretudo quando se utiliza os nobres abrasivos de diamante (TOUGE e MATSUO, 1996; CHANDRASEKAR, SHAW e BRUSHAN, 1987a e 1987b; FIOCCHI, 2010; TICIANELLI, 2013 informação verbal¹).

¹ Informação fornecida por Ticianelli em reunião técnica, em 2013.

Em uma lapidadora, o disco de lapidação é o elemento que serve de substrato ao abrasivo. Os movimentos cicloidais descritos pelos pontos da peça em relação ao disco permite a remoção homogênea de material. Além do abrasivo, a carga sobre a peça é outro parâmetro essencial na lapidação, cuja intensidade implica diretamente na TRM e no acabamento superficial (SANCHEZ, LOSNAK e PEREZ *et al.*, 1999).

Além de transportar os abrasivos, a superfície do disco de lapidação tem influência direta no desvio de planeza da peça, pois além de desempenhar o papel de superfície ativa de corte é também a superfície de referência. Consequentemente, existe estreita correlação entre os desvios de planeza do disco e da peça (WANGPING *et al.*, 2004).

Somente discos de lapidação planos irão produzir peças planas. A correção geométrica do disco de lapidação pode ser feita pela realocação do anel dressador. No caso do disco de lapidação apresentar-se convexo, o anel dressador deve ser posicionado mais próximo ao centro do disco para aumentar a ação de corte naquela região e torná-lo plano novamente. Operação inversa é realizada para correção de disco côncavo (STÄHLI, 1998; MARINESCU *et al.*, 2007).

2.2.3.3.1 Cinemática da lapidação

Durante a lapidação, as peças são colocadas dentro do porta-peças e este conjunto é movimentado sobre a superfície abrasiva. A cinemática do porta-peças, normalmente localizado no interior do anel dressador, é análogo a um engrenamento planetário onde a engrenagem externa é normalmente fixa e a engrenagem interna é motora e gira independentemente do disco de lapidação. Consequentemente, a movimentação relativa entre a superfície da peça e a superfície do disco de lapidação promove uma cinemática planetária que descreve curvas de trajetórias cicloidais (KÖNIG, 1980; STÄHLI, 1998; UHLMANN e ARDELT, 1998; UHLMANN e ARDELT, 1999; ARDELT, 1999; ARDELT, 2000; BARYLSKI e DEJA, 2002; MARINESCU *et al.*, 2007; FIOCCHI, 2010).

De acordo com o caminho dessas curvas, perfis de desgastes característicos se formam, gerando a necessidade do condicionamento periódico do disco, com o intuito de garantir a qualidade de forma das peças. Na lapidação, o termo dressagem também pode ser usado para designar o condicionamento do disco, no entanto, a operação é distinta daquela realizada na retificação. Para aperfeiçoar o processo de lapidação é necessário minimizar o desgaste heterogêneo do disco e prolongar os intervalos entre as operações de dressagem

(UHLMANN e ARDELT, 1999; ARDELT, 1999; ARDELT, 2000; HITCHINER, WILLEY e ARDELT, 2001; FIOCCHI, 2010).

Vários trabalhos publicados, no que diz respeito ao desgaste do disco de lapidação, estão fundamentados no conceito de que o volume de material removido da peça, assim como o desgaste do disco de lapidação, são proporcionais à distância relativa que eles percorrem. Isso leva à hipótese de que o desgaste de um elemento superficial qualquer do disco de lapidação seja proporcional à trajetória em que as peças estão envolvidas no processo (LICHTENBERGER, 1954; BER e GUEVA, 1968; SIMPFENDÖRFER, 1988; FUNCK, 1994; ARDELT, 1999; FIOCCHI, 2010).

De acordo com Spur e Eichhorn (1997), informações como o número de peças, suas geometrias, a distribuição delas no interior do porta-peças e a localização radial do conjunto sobre o disco de lapidação, são fundamentais para a determinação da distribuição do comprimento das trajetórias (FIOCCHI, 2010).

2.2.3.3.2 Disco de lapidação faceado

Touge e Matsuo (1996), da Universidade de Kumamoto no Japão, estudaram a influência da operação de torneamento de face do disco de lapidação feito de estanho na usinagem de cabeçote de disco rígido (HD, da sigla em inglês), constituído de ferrita policristalina de zinco-manganês. Os pesquisadores identificaram que, além das influências dos numerosos parâmetros já conhecidos, a operação de faceamento do disco de lapidação também exerce influência significativa sobre o processo.

A operação de faceamento utiliza ferramenta de diamante para correção de forma do disco depois de desgastado. Os parâmetros essenciais de entrada durante esta etapa são: (1) a profundidade de usinagem, (2) o raio de ponta da ferramenta e (3) o seu avanço por revolução do disco de lapidação. Desta maneira, o tamanho do passo entre os sulcos e a distância pico-vale (PV) compõem as principais características do disco faceado, sendo obtida rugosidade superficial Ra de 1,4 a 1,5 nm nas amostras submetidas a este processo.

2.2.3.4 Retificação à pressão constante

Os processos de retificação de superfície são classificados na Alemanha de acordo com a norma DIN 8589-11 (2002) basicamente em termos da posição ativa da superfície do rebolo e do tipo de movimento de avanço da mesa. No caso da retificação periférica, o eixo do

spindle é paralelo à superfície da peça a ser usinada. Na retificação de face com avanço axial, entretanto, o *spindle* é posicionado perpendicularmente à superfície da peça. Neste processo, o material da peça é cortado principalmente com o lado da face do rebolo (superfície lateral plana). A Figura 2.41 mostra a classificação dos processos de retificação de superfícies de acordo com a DIN 8589-11 (MARINESCU *et al.*, 2007). Segundo Marinescu *et al.* (2007), alguns termos possuem mais de um símbolo. Três exemplos são indicados na Tabela 2.6.

Tabela 2.6 – Parâmetros de retificação e seus respectivos símbolos.

Parâmetro	Símbolos aceitos
Velocidade do rebolo	V_s ou V_c
Velocidade da peça/trabalho	V_w ou V_{ft}
Largura de retificação	B_w ou a_p ou $b_{s,eff}$

Fonte: Adaptado de MARINESCU *et al.*, 2007.

Figura 2.41 – Classificação dos processos de retificação de superfície (Adaptado de DIN 8589, 2002).

A retificação à pressão constante emprega a face do rebolo e engloba vários processos que em comum, e diferentemente dos processos de retificação de superfície descritos, têm o contato de toda a superfície da peça com o rebolo (MARINESCU *et al.*, 2007).

O contato total promove maior estabilidade térmica e distribuição de tensão na superfície da peça promovendo um melhor acabamento, principalmente em materiais duros e frágeis suscetíveis a carregamentos bruscos.

Não existe uma classificação formal desses processos, todavia, é possível diferenciá-los, pelo menos, quanto à cinemática entre a peça e rebolo, retificação de uma ou duas faces simultaneamente e, principalmente, quanto a técnica de dressagem. Alguns exemplos de retificação a pressão constante são o brunimento plano, a lapidorretificação, a lapidorretificação ELID, a nanorretificação e a lapidorretificação U_d .

2.2.3.4.1 Brunimento plano

No final dos anos 90, difundiu-se nos EUA e Europa um processo abrasivo de grãos fixos, no qual as peças e o rebolo têm cinemática análoga à cinemática planetária da lapidação. O disco abrasivo é composto de pastilhas ou grandes segmentos feitos com nitreto de boro cúbico (CBN) ou, então, com diamante (SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2008; CRUZ, 2009; FIOCCHI, 2010; SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI 2011).

Este processo industrial, que permite a usinagem de um grande número de peças, assume diferentes denominações (SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2008; CRUZ, 2009; FIOCCHI, 2010; SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI 2011).

Os fabricantes de máquinas o denominam *fine grinding* (retificação fina) ou *flat honing* (brunimento plano). Na literatura, pode ser tratado, por diferentes autores, como *fine grinding* (TÖNSHOFF *et al.*, 1998; MACKENSEN *et al.*, 1997, MARINESCU *et al.*, 2007), *flat honing* (STÄHLI, 2000; BEYER; RAVENZWAALJ, 2005), *face grinding on lapping machine* (ULHMAN; ARDELT, 1999), *high speed lapping* (JIANDONG, CHUNLIN e CHANGXING, 2007), *constant-pressure grinding* (NAKANO, TOUGE e WATANABE, 2008) e *face grinding with constant pressure* (OHMORI, MARINESCU, KATAHIRA, 2011).

Em francês o processo é conhecido por *La Rectirodologie* que, livremente traduzido, significa ciência da retificação e lapidação (*rectifier* = retificação, *roder* = lapidação). De maneira geral, observa-se nas informações disponibilizadas por fabricantes a possibilidade de usinar peças com planeza da ordem de 0,3 μm a 0,6 μm e rugosidade (R_a) de até 0,025 μm (WOLTERS, 1998; BEYER e RAVENZWAALJ, 2005).

O brunimento plano traz algumas importantes vantagens em relação à lapidação, com quem originalmente compete, como: (1) peça limpa, uma vez que é livre do veículo de

lapidação; (2) reduzido desperdício de abrasivo devido ao predomínio da abrasão dois corpos, já que os abrasivos estão retidos na liga; (3) usinagem mais rápida, pois a TRM é maior; (4) e a possibilidade de usinagem simultânea de faces paralelas (*double-side*) (STÄHLI, 2000; BEYER; RAVENZWAALJ, 2005).

Pelo fato de utilizar superabrasivos, a reafiação do rebolo é naturalmente feita com o desgaste progressivo da liga (normalmente vitrificada), provocando o afloramento de novas arestas abrasivas. Quando necessário, o restabelecimento de forma do disco é feito por um anel dressador, análogo ao da lapidação (BEYER; RAVENZWAALJ, 2005).

Segundo Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011) e Fiocchi (2010), por se tratar de um processo derivado da lapidação, criado por tradicionais fabricantes de lapidadoras, não se tem registro da transferência do conceito do U_d , oriundo da retificação convencional, aplicado a este processo, utilizando rebolo convencional de ligante resinóide. Ainda dentro desta hipótese, deve-se considerar o incipiente estudo do U_d por König e Messer (1980) na mesma época do surgimento do brunimento plano.

2.2.3.4.2 Lapidoretificação ELID

Processo similar ao brunimento plano, exceto pela dressagem ocorrer continuamente por meio da técnica de eletrólise do ligante do rebolo, assim como descrito na retificação *ELID*. A Figura 2.42 apresenta a configuração do sistema.

Figura 2.42 – Representação esquemática da lapidoretificação *ELID* (Adaptado de ITOH e OHMORI, 1996).

A lapidoretificação *ELID* (ELID Lap-grinding) é um processo de retificação plana a pressão constante com cinemática de lapidação que produz os melhores resultados de rugosidade e planeza quando comparado aos outros processos de retificação (ITOH e OHMORI, 1996; MARINESCU *et al.*, 2011).

Amostras de carboneto de tungstênio foram lapidorretificadas com rebolo de ferro fundido e abrasivos de diamante de #4000 com e sem *ELID*. A rugosidade R_a das peças lapidorretificadas com *ELID* foi 3,8 nm contra 7,4 nm de amostras submetidas à lapidorretificação sem nenhuma técnica de dressagem (ITOH e OHMORI, 1996).

Figura 2.43 – Efeito do *ELID* na manutenção da taxa remoção (Adaptado de ITOH e OHMORI, 1996).

Outros aspectos significativos do efeito da *ELID* é a manutenção da taxa de remoção de material da peça, mostrada na Figura 2.43. Na lapidorretificação sem *ELID* o desempenho do rebolo piora com o decorrer da usinagem.

Figura 2.44 – influência do número *mesh* (#) na rugosidade e na taxa de remoção de carboneto de tungstênio e silício monocristalino (ITOH e OHMORI, 1996).

Estudos demonstram que quanto menor o tamanho médio do abrasivo, menores os valores da rugosidade e da TRM. A Figura 2.44 apresenta a influência do número *mesh* (#) na rugosidade e na taxa de remoção de carboneto de tungstênio e de silício monocristalino lapidorretificados com rebolos de #8000, #4000 e #1200 (ITOH e OHMORI, 1996).

Com rebolo de #8000 as rugosidades (Ra) foram de 7,4 nm no silício e 3,0 nm no carboneto de tungstênio. Ambas as superfícies apresentaram aspecto especular sem nenhuma irregularidade detectada.

2.2.3.4.3 Lapidorretificação empregando disco de ligante resinóide

Tomida e Eda (1996) elaboraram discos abrasivos segmentados de carboneto de silício (SiC) com ligante resinóide, apresentando as características necessárias para a lapidação de substrato de disco magnético. Os pesquisadores demonstraram que a rugosidade e a TRM são diretamente proporcionais ao tamanho médio do abrasivo. O menor tamanho médio do abrasivo empregado, 3 μm (#4000), produziu uma rugosidade Ra de 0,02 μm e desvio de planeza de 1,3 μm em peças medindo cerca de 130 mm de diâmetro. Os pesquisadores também constataram que os menores valores do desvio de planeza foram encontrados com os dois maiores tamanhos de abrasivos, 0,9 μm para rebolos de #400 e #800.

Neste processo não há dressagem ou operação sistemática para restabelecer as condições de corte do rebolo.

2.2.3.4.4 Nanorretificação

A tecnologia livremente traduzida como nanorretificação (*nanogrinding*) foi assim denominada por seus criadores, Gatzen, Maetzig e Schwabe (1996) que a definiram como um processo abrasivo UP. Ela ainda está em desenvolvimento no Instituto para Microtecnologia (IMT) da Universidade de Hanover, Alemanha, e destina-se ao acabamento de cerâmicas avançadas como, por exemplo, os cabeçotes de leitura e gravação de dados digitais dos *HDs* (FIOCCHI, 2010).

A máquina empregada para este fim é baseada em uma lapidadora plana com disco metálico dúctil. Enquanto a lapidação envolve abrasivos suspensos na interface entre o disco e a peça (abrasão dois corpos e três corpos), a nanorretificação utiliza partículas incrustadas em um disco macio, onde qualquer abrasivo solto é evitado durante o corte, consequentemente, visa-se apenas abrasão dois corpos. A nanorretificação, então, consiste de dois passos: primeiro a confecção ou carregamento do disco com abrasivos, operação morosa, e, segundo, o processo de usinagem da peça propriamente dito. Desta forma, a preparação do processo demanda grande quantidade de tempo (GATZEN, MAETZIG e SCHWABE, 1996; GATZEN e MAETZIG, 1997; GATZEN, 2000; GATZEN e BECK, 2003).

Foram encontrados valores de rugosidade de até $R_a = 1,14$ nm, obtidos em cabeçote de leitura feito em carboneto de alumínio-titânio (Al_2O_3 -TiC), e $R_a = 0,79$ nm em cabeçote feito de carbetto de silício (SiC) (GATZEN e MAETZIG, 1997). Quanto aos desvios de planeza, o menor valor conseguido foi de 6 nm no acabamento de cabeçote feito de Al_2O_3 -TiC (GATZEN, MAETZIG e SCHWABE, 1996). Em peças de grande exigência de qualidade como esta, o desprendimento de grão abrasivo do disco torna-se um aspecto crítico do processo, uma vez que um risco pode danificar seu funcionamento.

2.2.3.4.5 Lapidoretificação U_d

Motivados pela literatura sobre usinagem abrasiva UP e pelo fato de que a tecnologia atualmente empregada no Brasil é estrangeira, Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2008), Cruz (2009), Fiocchi (2010), Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011), Fiocchi e Sanchez (2011) e Fiocchi *et al.* (2011) desenvolveram um processo abrasivo inédito denominado de lapidoretificação com grau de recobrimento na dressagem (U_d), bem como uma máquina-ferramenta controlada numericamente por computador (CNC) (FIOCCHI, 2010), que foi batizada de lapidoretificadora Fiocchi e o processo de lapidoretificação U_d .

Segundo postularam, a lapidoretificação U_d pode ser definida como um processo abrasivo UP, que agrega: (1) retificação de face à pressão constante, (2) cinemática planetária da lapidação e brunimento plano (3) com a operação de dressagem da retificação convencional por meio do U_d , responsável por restabelecer as condições de corte (micro e macroefeitos) promovendo acabamento em nível nanométrico com abrasivos de dimensões micrométricas (FIOCCHI, 2010; SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2011; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Analogamente à retificação de face, a lapidoretificação U_d utiliza a face plana do rebolo, na qual a peça tem toda a sua área comprimida contra o rebolo, com pressão controlada em função do tempo, e dotada de movimento planetário que descreve trajetórias cicloidais sobre o rebolo, com velocidades de corte próximas a 2 m/s (SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2008; CRUZ, 2009; FIOCCHI, 2010; SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2011; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Apesar da semelhança entre os processos de lapidoretificação U_d e o brunimento plano, no primeiro há o condicionamento do rebolo pela operação de dressagem segundo o conceito proposto por König e Messer (1980). A consequência tecnológica direta da aplicação de diferentes U_d 's pode ser verificada pela obtenção de acabamentos nanométricos e controle

da planeza no processo de lapidoretificação U_d . Além disso, não foi identificado processo abrasivo capaz de oferecer a qualidade superficial da lapidoretificação U_d com o mesmo tipo e diâmetro médio de abrasivo (FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

As principais características do projeto da lapidorretificadora, esquematizada na Figura 2.45, são: 5 graus de liberdade (translação dos eixos X, Y e Z, rotação do rebolo e do porta-peças), estrutura rígida de aço ABNT 1020, guias lineares de esferas recirculantes, fusos de esferas recirculantes, CNC e monitoramento embarcado da potência de usinagem e dressagem.

Figura 2.45 – Representação das principais características da lapidorretificadora CNC projetada e construída por Fiocchi. (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Para a operação de dressagem, o dressador se movimenta radialmente à superfície do rebolo, enquanto este rotaciona com velocidade angular constante. A combinação dos movimentos dos eixos X e Y possibilita a dressagem e o perfilamento do rebolo, representados na Figura 2.45 pelas letras (c) e (d), respectivamente e Figura 2.46.

A rugosidade (R_a) alcançada em metais está na ordem de 0,80 a 1,92 nm, o desvio de planeza entre 0,4 a 1,15 μm e o aspecto superficial é especular, depois de um tempo de usinagem inferior a 10 minutos (SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2008; FIOCCHI, 2010; SANCHEZ, XU JUN e FIOCCHI, 2011; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Quanto menor o tamanho médio do abrasivo, menor a rugosidade superficial do corpo de prova (correlação positiva) e quanto maior o valor do grau de recobrimento aplicado na dressagem do rebolo, menor a rugosidade superficial do corpo de prova (correlação negativa) (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Figura 2.46 – Representação esquemática das operações de dressagem e lapidorretificação U_d (FIOCCHI e SANCHEZ, 2011).

A lapidorretificação tem suas condições de corte decisivamente influenciadas pela operação de dressagem, o que garante que usinagens de desbaste e acabamento sejam realizadas com um mesmo rebolo, produzindo elevado nível de acabamento de peças metálicas ao combinar a correção de forma da lapidação com o acabamento superficial do polimento, peças limpas, com controle mais fácil, rápido e robusto dos parâmetros de entrada do processo. Diante destes achados, os pesquisadores sugerem que as etapas de lapidação e polimento possam ser substituídas pelo processo de lapidorretificação U_d , dependendo da aplicação (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

Entretanto, avanços no projeto da lapidorretificadora devem ser realizados para garantir a rotação constante do porta-peças, uma vez que o eixo flexível adotado no primeiro protótipo não apresentou rigidez dinâmica torcional satisfatória para movimentar os corpos de prova com velocidade angular constante, promovendo, dessa forma, remoção heterogênea de material ao comprometer a relação de velocidades peça/rebolo (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

No primeiro protótipo da lapidorretificadora, os eixos lineares X, Y e Z apresentaram vibração mecânica longitudinal de alta frequência mesmo quando o movimento de translação era cessado. A tecnologia de baixo custo dos controladores dos motores de passo introduzia

ruídos elétricos que geravam oscilações torcionais de alta frequência nos eixos dos motores de passo e, conseqüentemente, induziram a erros de posição nos eixos lineares. Também foi identificado que o espectro de frequência emitido pelos motores atrapalhava o monitoramento do processo de usinagem por meio da técnica de emissão acústica (EA). A vibração mecânica também comprometeu a exatidão e a precisão do posicionamento dos eixos (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

2.3 Caracterização cerâmica

Há uma variedade de técnicas de caracterização superficial e subsuperficial de peças manufaturadas por meio dos finos processos de acabamento, algumas bem estabelecidas e outras que estão começando emergir como ferramentas utilizáveis (KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011).

Os pesquisadores também afirmam haver interesse significativo na avaliação do estado na vizinhança da superfície produzida pelos processos de remoção. Considerando que a capacidade de criar superfícies finamente acabadas pelos processos UP tem melhorado, é um pouco surpreendente que a caracterização de tais superfícies ainda dependa principalmente de técnicas há muito bem disseminadas, mas pouco aplicadas nesse universo, como, por exemplo, a difração de raios x (DRX) e seccionamento da amostra, sendo aquela não destrutiva enquanto esta, destrutiva, necessita cuidadosa e morosa preparação da amostra.

A literatura contém uma extensa cobertura das várias técnicas que têm sido utilizadas para a caracterização superficial e subsuperficial. Dentre elas, segundo Klopstein e Lucca (2011) destacam-se os trabalhos de Lucca, Brinksmeier e Goch (1998) e Miyoshi (2002). A Tabela 2.7 lista algumas técnicas de uso limitado ou que estão começando a aparecer como técnicas aplicáveis.

Técnicas ópticas incluem métodos que medem a transmissão ou reflexão da luz incidente, o conteúdo espectral da luz re-emitida ou da difração de raios x. (WANG e MAIER¹, 2006; MA² *et al.*, 2011; WANG, VANKERHOVE e SCHREIBER³, 2011 *apud* KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011).

¹ WANG J.; MAIER R.L. (2006). Surface assessment of CaF₂ deep-ultraviolet and vacuum-ultraviolet optical components by the quasi-Brewster angle technique. *Appl Optics*. v.45, p.5621-5628.

² MA, B. et al. (2011). Subsurface quality of polished SiO₂ surface evaluated by quasi-Brewster angle technique. *Optik*. v.122, p.1418-1422.

³ WANG J.; VANKERKHOVE S.; SCHREIBER H. (2011). Evaluation of coated and uncoated CaF₂ optics by variable angle spectroscopic ellipsometry. *Thin Solid Films*. v.519, p.2881-2884.

Tabela 2.7 – Descrição de técnicas de avaliação próxima à superfície.

Técnica	Princípio	Natureza da alteração superficial detectada	Requisito do material
Técnicas ópticas / raios x			
Quase-Brewster	Alterações superficiais causam mudanças no índice de refração que deslocam o ângulo de Brewster	Porosidade	Transparente
Microscopia laser de varredura	Microscopia confocal de varredura em diferentes profundidades para construir uma imagem 3D; defeitos espalham mais luz, portanto aparecem mais claros na imagem	Trincas, contaminação	Transparente
Microscopia de fluorescência confocal	Deslocamento no espectro Raman de íons de cromo substitucionais em alumina com tensão aplicada	Tensão residual	Transparente
Transmitância óptica	Imperfeições no parâmetro de rede do cristal aumentam o espalhamento de luz e reduzem a transmitância	Porosidade, trincas	Transparente
Microscopia Eletrônica de Transmissão (MET)			
MET filtragem de energia	Uso de prisma magnético e lentes eletromagnéticas para filtrar elétrons transmitidos; obtém-se análise química com resolução espacial nanométrica	Contaminação	Possibilitar ser afinado para ser transparente aos elétrons
Focused Ion Beam (FIB)			
Tomografia FIB	Mapeamento da superfície usando <i>ion-induced secondary electrons</i> ; combinado com a usinagem FIB para obter imagens normais à superfície	Topografia superficial	Superfícies condutoras, moderadamente condutoras ou revestidas com material condutor
Técnicas Acústicas			
Microscopia acústica eletrônica de varredura (MEAV)	Uso de feixe pulsado de elétrons em um MEV para rapidamente aquecer/resfriar a amostra gerando ondas acústicas no material	Trincas, vazios, delaminação de filmes	Possibilitar ser afinado até 2 mm de espessura
Rutherford Backscattering in Channeling Configuration			
RBS-c	Feixe de íons incidente sobre a peça alinhada e obtenção da energia dos íons retroespalhados	Defeitos de obstrução e distorção	Monocristais

Fonte: Adaptado de KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011.

Outra técnica para investigar o dano por *lasers* de alta potência nos componentes ópticos utiliza a porcentagem de transmitância de luz para medir o espalhamento ocasionado pelo dano, segundo Wang, Vankerkhove e Schreiber¹ (2011 *apud* KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011).

¹ WANG J.; VANKERKHOVE S.; SCHREIBER H. (2011). Evaluation of coated and uncoated CaF₂ optics by variable angle spectroscopic ellipsometry. Thin Solid Films. v.519, p.2881-2884.

A microscopia confocal está emergindo como uma ferramenta de grande utilidade para a caracterização da superfície e subsuperfície de uma variedade de materiais. Luz monocromática é dirigida à superfície e, ou a luz refletida (modo de reflexão) (NEAUPORT *et al.*, 2009; FINE *et al.*, 2006), ou a luz re-emitida pela excitação (modo de fluorescência) (NEAUPORT *et al.*, 2009; GUO e TODD, 2010 e 2011; WU, ROBERTS e DERBY, 2008) é recolhida. A luz laser é varrida através da superfície fornecendo um mapa bidimensional da luz captada. Informação do perfil de profundidade é obtida usando a capacidade do microscópio confocal, onde a luz incidente é focada na superfície ou abaixo dela e apenas a luz à partir desse ponto focal é recolhida utilizando uma abertura confocal (*confocal pin-hole*). O material investigado deve ser transparente à luz incidente para que sua seção possa ser completamente estudada.

Típicas resoluções espacial lateral e profundidade são limitadas a 1 μm , aproximadamente. Quando usado no modo de reflexão, a intensidade da luz refletida é medida e o método pode proporcionar informação sobre os defeitos ou sítios de espalhamento abaixo da superfície. O modo de fluorescência (microscopia de fluorescência confocal) recolhe o espectro a luz re-emitida e usa mudanças na amplitude dos picos ou deslocamentos espectrais para fornecer informações sobre as espécies químicas e tensão residual (KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011).

A difratometria de raios x para a caracterização de microestrutura superficial e tensão residual próxima a superfícies manufaturadas tem sido há muito utilizada. Mais recentemente, surgiu o uso da difratometria de raios x de alta resolução e topografia de raios x para o estudo de monocristais. Enquanto que a difratometria analisa a variação da intensidade dispersada total de uma região que foi iluminada por um feixe de raios x como função do ângulo de incidência (Lei de Bragg), a topografia (por vezes referido como visualização da difração de raios x) examina a distribuição espacial da intensidade dispersa total em função da posição através do feixe incidente, afirma Black¹ (2005 *apud* KLOPFSTEIN e LUCCA, 2011). A técnica é sensível a defeitos nos cristais individuais e a deformação do parâmetro de rede. O método está limitado a uma resolução espacial próxima a 1 μm . Quando utilizada com uma geometria de incidência rasante, a técnica pode ser aproveitada para examinar as proximidades superficiais, sendo possível estudar espessuras que podem variar da magnitude de dezenas de nanômetros até um micrometro, de cristais. Tem sido utilizada com sucesso para detectar dano perto da superfície produzido por acabamentos ultrafinos.

¹ BLACK D. (2005). Using X-ray topography to inspect surfaces of single-crystal components. International Journal of Applied Ceramic Technology. v.2, p.336-343.

2.3.1 Determinação quantitativa de fase em zircônia por espectroscopia Raman

Para a análise local de transformação de fase $t \rightarrow m$, a espectroscopia Raman (em microsonda e configuração confocal) é uma ferramenta importante devido à resolução espacial alcançada ($\sim 1 \mu\text{m}$) (WANG¹, 1969; FERRARO, NAKAMOTO e BROS², 1985; MCCREERY³, 2000 *apud* TABARES e ANGLADA, 2010).

A análise quantitativa é baseada no fato de que as fases tetragonal e monoclinica produzem diferentes bandas Raman, cuja intensidade é proporcional a suas concentrações. Diversas expressões têm sido propostas ao longo dos anos a fim de extrair a composição de misturas $t + m$ aplicando espectroscopia Raman (CLARKE e ADAR, 1982; KATAGIRI *et al.*, 1988; LIM *et al.*, 1992; KIM, HAHN e HAN, 1997; CASELLAS *et al.*, 2001; TABARES e ANGLADA, 2010).

A validação destas expressões tem sido realizada por comparação com composições medidas por DRX. Além disso, por vezes, as amostras utilizadas para esta calibração foram de superfícies de fraturas, em que (pelo menos em 3Y-TZP com tamanho de grão submicrométrico padrão) a fase monoclinica reside numa camada superficial muito fina (TABARES e ANGLADA, 2010).

Neste caso, a determinação da fração monoclinica por DRX convencional ou espectroscopia Raman não confocal é sensível à espessura relativa da camada transformada em comparação com a profundidade de penetração da radiação utilizada (TABARES e ANGLADA, 2010).

Há também outros métodos que têm sido propostos por Katagiri *et al.*, (1988) para determinar a fração volumétrica monoclinica a partir de espectros Raman, sem a necessidade de calibração prévia das bandas Raman contra composições conhecidas. Para Tabares e Anglada (2010), em geral, diferentes frações volumétricas de fase monoclinica são obtidas usando diferentes expressões desenvolvidas a partir das intensidades das bandas Raman.

Ajustando o espectro Raman a composições padrão, Tabares e Anglada (2010) determinaram constantes de calibração para as relações entre as intensidades dos picos monoclinicos em $181\text{-}190 \text{ cm}^{-1}$ assim como para o pico tetragonal 147 cm^{-1} ou os picos tetragonais 147 e 256 cm^{-1} .

¹ WANG C.S. (1969). Theory of Stimulated Raman Scattering. Physical Review, v.182, n.2, p.482-494.

² FERRARO J.R.; NAKAMOTO K.; BROS C.W. (2003). Introductory Raman Spectroscopy, 2nd edition, Academic Press, New York.

³ MCCREERY R.L. (2000). Raman spectroscopy for chemical analysis, 1st edition, John Wiley & Sons Inc. New York.

A Figura 2.47 mostra o espectro Raman de fases tetragonal (t), monoclínica (m), e uma mistura de fases (t + m).

Figura 2.47 – Espectros Raman típicos das fases (a) monoclínica, (b) tetragonal e (c) mistura de t+m. Picos tetragonais a 147 e 265 cm^{-1} (+) e par de picos em 181-190 cm^{-1} (••) estão indicados, os quais são usados nas equações para quantificação de fase monoclínica por espectroscopia Raman (Adaptado de TABARES e ANGLADA, 2010).

A análise dos espectros Raman das principais fases da zircônia, assim como os efeitos da temperatura, pressão, orientação cristalina e o conteúdo de dopante sobre a posição e as intensidades relativas dos picos, podem ser encontrados em Dorn e Nickel (2004).

Há uma sobreposição de muitos dos picos Raman das fases tetragonal e monoclínica para deslocamentos acima de 300 cm^{-1} . O forte e acentuado par monoclínico em 181 e 190 cm^{-1} é comumente usado para a determinação quantitativa desta fase, uma vez que não se confunde com os picos tetragonais adjacentes a 148 e 265 cm^{-1} .

Segundo Tabares e Anglada (2010), em uma recente revisão sobre LTD em zircônia, Chevalier, Gremillard e Deville (2007) notaram que existe uma falta de concordância entre as equações que são utilizadas para a quantificação da fase monoclínica por espectroscopia Raman. Esses modelos matemáticos são encontrados nos trabalhos de Clarke e Adar (1982), Katagiri *et al.* (1988), Lim *et al.* (1992), Kim, Hahn e Han (1997), Casellas *et al.* (2001) e

Tabares e Anglada (2010). Muitas destas equações são resumidas na Tabela 2.8, na qual o super-índice dos símbolos de intensidades integradas (I) identifica o deslocamento Raman em cm^{-1} .

Tabela 2.8 – Modelos propostos para quantificação de fase monoclinica por espectroscopia Raman.

Modelos	Equações	
Modelos lineares	$V_m = \frac{(I_m^{181} + I_m^{190})}{k(I_t^{147} + \delta \cdot I_t^{265}) + I_m^{181} + I_m^{190}}$	(2.20)
Clarke e Adar (1982)	$\delta = 1; k = 0,97$	(2.21)
Katagiri <i>et al.</i> (1988)	$\delta = 0; k = 2,2 \pm 0,2$	(2.22)
Lim <i>et al.</i> (1992)	$\delta = 1; k = 0,33 \pm 0,33$	(2.23)
Kim, Hahn e Han (1997) Lei da Potência	$V_m = \sqrt{0,19 - \frac{0,13}{X_m - 1,01}} - 0,56 \text{ com } X_m = \frac{I_m^{181} + I_m^{190}}{I_t^{147} + I_m^{181} + I_m^{190}}$	(2.24)
Casellas <i>et al.</i> (2001) Logarítmico	$V_m = 0,65 + 0,39 \log \left(\frac{I_m^{181} + I_m^{190}}{I_t^{147} + I_t^{265} + I_m^{181} + I_m^{190}} \right)$	(2.25)

Fonte: Adaptado de TABARES e ANGLADA, 2010.

As três primeiras equações da Tabela 2.8 são modelos lineares. Uma diferença está na escolha dos picos tetragonais. Katagiri *et al.* (1988) utilizaram apenas o pico tetragonal em 147 cm^{-1} , mas, nas equações de Clarke e Adar (1982) e Lim *et al.* (1992), ambos os picos tetragonais a 147 e 265 cm^{-1} foram escolhidos.

Por outro lado, de acordo com Dorn e Nickel¹ (2004, *apud* TABARES e ANGLADA, 2010) a intensidade relativa integrada, isto é, a área sob os picos, pode ser calculada através de três métodos díspares, como ilustra a Figura 2.48.

(1) Definindo a área abaixo de um pico delimitada pela linha que liga os mínimos locais em cada lado do pico. A intensidade integrada (área A) é conhecida como “intensidade Raman” (*Raman intensity*).

(2) Utilizando a área A + B da Figura 2.48, a qual é referida como “intensidade fluorescente” (*fluor intensity*).

(3) A partir da intensidade integrada calculada pelo ajuste espectral com distribuições *Gaussian-Lorentzian*.

¹ DORN, M.T.; NICKEL, K.G. (2004). Zirconia Ceramics: Phase Transitions and Raman Microspectroscopy. p.467-520 in In High-pressure surface science and engineering, Edited by Y. Gogotsi, and V. Domnich. IOP Publishing Ltd, London, 2004.

Figura 2.48 – Métodos para determinação das intensidades integradas de um espectro Raman. A “intensidade Raman” é definida pela área A, enquanto a “intensidade fluorescente” é determinada pela área A + B; finalmente, a intensidade integrada pode ser calculada pelo ajuste do espectro com distribuições *Gaussian-Lorentzian* (Adaptado de TABARES e ANGLADA, 2010).

Dorn e Nickel¹ (2004 *apud* TABARES e ANGLADA, 2010) relatam que o primeiro e segundo métodos são aplicados quando os picos Raman não estão bem definidos devido a qualquer sobreposição ou a presença de fluorescência nos espectros. Por outro lado, alguma inexatidão estará presente na determinação da área por causa da remoção de uma parte dos picos com respeito a uma curva *Lorentzian* bem ajustada.

¹ DORN, M.T.; NICKEL, K.G. (2004). Zirconia Ceramics: Phase Transitions and Raman Microspectroscopy. p.467-520 in In High-pressure surface science and engineering, Edited by Y. Gogotsi, and V. Domnich. IOP Publishing Ltd, London, 2004.

2.3.2 Determinação quantitativa de fase em zircônia por difração de raios x

Porter e Heuer (1979) seguidos por Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a e 1984b) foram pioneiros na análise quantitativa de fases da ZrO_2 por DRX.

Inicialmente, antes dos trabalhos de Porter e Heuer (1979) e Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a) a técnica de DRX era baseada na premissa de que a soma das intensidades monoclinicas ($\bar{1}11$) e (111) refletidas era igual à intensidade tetragonal (101) ou cúbica (111) refletidas. A partir deste pressuposto, foi obtida uma relação linear entre a razão da fração volumétrica e a intensidade; esta relação, defendida por Garvie e Nicholson (1972), é amplamente utilizada.

Contudo, estudos anteriores de DRX visando análise quantitativa do sistema monoclinica-tetragonal em ZrO_2 mostraram que o erro máximo em fração volumétrica é de 7%, quando a diferença da intensidade entre as duas fases é ignorada. Nos sistemas estabilizados por dopantes tal fenômeno também é esperado (SOMIYA, 1984a e 1984b).

Melhora na exatidão foi alcançada com a calibração não linear da curva da razão entre a fração volumétrica e a intensidade para sistemas estabilizados com Y_2O_3 , CaO e MgO (PORTER e HEUER, 1979; TORAYA, YOSHIMURA e SOMIYA, 1984a; SATO *et al.*, 2008).

Para sistemas tetragonais parcialmente estabilizados a razão de intensidade integrada, X_m , é definida como:

$$X_m = \frac{I_m(\bar{1}11) + I_m(111)}{I_m(\bar{1}11) + I_m(111) + I_t(101)} \quad (2.26)$$

onde os índices m e t representam as fases monoclinica e tetragonal, respectivamente. I é a área abaixo do pico tetragonal (101) e monoclinico (111) e ($\bar{1}11$), respectivamente 30° , 31° e 28° para $CuK\alpha$ ($1,54 \text{ \AA}$) (SATO *et al.*, 2008) e $35,30^\circ$, $36,75^\circ$ e $32,88^\circ$ para $CoK\alpha$ ($1,78 \text{ \AA}$).

Para sistemas cúbicos, a Equação 2.26 pode ser reescrita substituindo-se a fase tetragonal (101) pela cúbica (111).

A fração volumétrica de fase monoclinica é escrita na forma:

$$v_m = \frac{P \cdot X_m}{1 + (P-1) \cdot X_m} \quad (2.27)$$

com P calculado pela Equação 2.28.

$$P = \frac{H_c(111)}{H_m(\bar{1}11) + H_m(111)} \quad (2.28)$$

na qual, segundo Toraya, Yoshimura e Somiya (1984b), $H(hkl)$ é a intensidade calculada da reflexão (hkl).

Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a) afirmam que nas ZrO_2 estabilizadas a célula unitária e o ângulo de Bragg, que são usados para calcular $H(hkl)$, são funções dos parâmetros da célula unitária e, portanto, da composição química. Negligenciá-los, consequentemente, causa erro significativo no cálculo de P (Equação 2.28).

De acordo com Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a) o erro estimado pela Equação 2.21 é pelo menos uma ordem de grandeza menor que o erro da equação linear.

Toraya, Yoshimura e Somiya (1984b) e Sato *et al.* (2008) afirmam que, para a cerâmica TZ-3YSB-E (Tosoh), P assume o valor 1,311.

Swain e Hannink (1989), Kosmac *et al.* (1999), Kao *et al.* (2000), Wang, Shi e Ren (2000), Juy e Anglada (2007) e Tabares *et al.* (2011) caracterizaram o dano superficial em seus trabalhos sobre retificação de ZrO_2 empregando, principalmente, DRX, a fim de determinar as transformações de fase e MEV para observar a superfície.

Amostras sinterizadas foram processadas por retificação e polimento. A análise do espectro destas revelou, principalmente, a presença da fase tetragonal com pequena porcentagem da fase cúbica (~18%). Por outro lado, o espectro das amostras retificadas mostrou mudanças características no material que têm sido amplamente reportadas na literatura (HASEGAWA, 1983; KITANO *et al.*, 1988; HOOPER e MORGAN, 1989; SWAIN e HANNINK, 1989; MITRA *et al.*, 1993; BURKE e RAINFORTH, 1997; KOSMAC *et al.*, 1999; KAO *et al.*, 2000; WANG, SHI e REN, 2000; JUY e ANGLADA, 2007; TABARES *et al.*, 2011), e podem ser resumidas como se segue.

(1) Alargamento assimétrico de picos tetragonais nas proximidades de $2\theta = 30^\circ$, 50° , 59° e 82° (Figura 2.49 a – indicado pelas setas pretas).

(2) Reversão das intensidades (002) e (200) dos picos tetragonais a $34,64^\circ$ e $35,22^\circ$ (2θ), atribuída a textura a partir da mudança do domínio ferroelástico (VIRKAR e MATSUMOTO¹, 1986; MEHTA, JUE e VIRKAR², 1990 *apud* TABARES *et al.*, 2011).

¹ VIRKAR, A.V.; MATSUMOTO, R.L.K. (1986). Ferroelastic domain switching as a toughening mechanism in tetragonal zirconia. *Journal of the American Ceramic Society*. v.69, n.10, p.C224-C226.

² MEHTA, K.; JUE, J.F.; VIRKAR, A.V. (1990). Grinding-induced texture in ferroelastic tetragonal zirconia. *Journal of the American Ceramic Society*, v.73, n.6, p.1777-1779.

Figura 2.49 – (a) Espectro de DRX de amostra de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada (PSZ) (1) sinterizada e polida, (2) sinterizada e retificada e (3) sinterizada e retificada com ângulo incidente de difração de 1°. (b) Detalhe do espectro normalizado na faixa de $26^\circ \leq 2\theta \leq 37^\circ$ (Adaptado de TABARES et al., 2011).

A magnitude desse efeito pode ser expressa pela razão $I_t^{(002)}/I_t^{(200)}$. No trabalho de Tabares *et al.* (2011) aumentou de 0,77 na amostra sinterizada para 1,72 na amostra retificada (Figura 2.49 a e b – indicado pelas setas tracejadas).

(3) Uma pequena quantidade de fase monoclinica que foi estimada ser de 11%. Este resultado também está de acordo com as medições por espectroscopia Raman (8%). Embora seja claro que as duas técnicas não podem ser comparadas sem a correção necessária do volume analisado e radiação absorvida, os dois resultados indicam que o nível de transformação do material retificado é limitado (TABARES *et al.*, 2011).

O espectro da DRX com ângulo de incidência rasante de 1° (Figura 2.49 b) mostra que o pico assimétrico a 30° consiste de dois picos convolutos: o tetragonal (111) e um menor que pode ser atribuído ao plano (003) da fase romboédrica, como já fora sugerido por Hasegawa *et al.* (1983). Além disso, o par tetragonal a ~35° desaparece, mostrando um único pico. Este resultado confirma que a assimetria observada no espectro do material retificado é devido à sobreposição de picos tetragonais com outros picos, tipicamente associada com a fase romboédrica. Isto também indica que esta fase está concentrada em regiões com menos de 1 µm de espessura na superfície (para ângulo de incidência de 1° com radiação Cu Kα, a profundidade de penetração é de ~0,3 µm).

3 MATERIAL E MÉTODOS

Para que a lapidorrretificação U_d e a lapidorrretificadora fossem estudadas na busca de superacabamento em cerâmica avançada foi selecionada a zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria sinterizada. Para isso um projeto evolutivo da lapidorrretificadora Fiocchi (2010) foi realizado. Ensaio de lapidorrretificação e caracterização foram executados para validação.

Na lapidorrretificadora os trabalhos focaram no seu projeto evolutivo para corrigir suas deficiências e capacitá-la a usar cerâmica avançada. Amostras cilíndricas delgadas de zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com 3 mol% de ítria foram conformadas por prensagem uniaxial, para conferir forma, seguida por prensagem isostática, objetivando homogeneizar a compactação e minimizar a distorção. Posteriormente, foram sinterizadas visando superfícies isentas de poros, desprezível gradiente de densidade e tamanho submicrométrico de grão. A lapidorrretificação U_d foi avaliada através dos parâmetros de dressagem e tamanho de partícula abrasiva de três rebolos de SiC de liga resínóide epóxi. As amostras foram caracterizadas por diferentes técnicas em busca dos parâmetros de usinagem que conciliaram remoção e acabamento, contudo, sem introduzir defeitos ou avaliando e julgando as alterações microestruturais no sentido de amparar a tomada de decisão do projeto da peça submetida ao processo de lapidorrretificação U_d .

3.1 Identificação da demanda

A nanotecnologia tem um significado especial para a inovação industrial. Entre tantas inovações convergentes, a nanociência e a nanotecnologia (N&N) entram nessa longa aventura como uma alternativa para o estudo dos fenômenos e para a manipulação de materiais na escala atômica, molecular e macromolecular, quando as propriedades diferem significativamente daquelas observadas na escala macro e a realização do desenho, caracterização, produção de estruturas, peças e sistemas pelo controle do seu tamanho e forma na escala nanométrica (ABDI, 2010a).

A nanociência é capaz de manipular, sintetizar ou modificar a matéria em uma escala de tamanho de nanômetro, que é 1 bilionésimo do metro. Tudo que se faz em termos de modificação, manipulação ou síntese de materiais nessa escala é considerado nanotecnologia (AGÊNCIA BRASIL, 2013).

A percepção de que a nanotecnologia e a nanociência (N&N) representam um novo patamar de conhecimento, com imensos e ainda não devidamente mensurados impactos científicos e econômicos, levou os países líderes, como os EUA, o Japão e os da Comunidade Europeia, a investir maciçamente na área, visando a novos patamares de competitividade de suas empresas (ABDI, 2010a).

Isso se deve a expectativa de que a difusão de novos produtos baseados em nanotecnologia impacte fortemente a produção de bens manufaturados até 2016. Por exemplo, em 2004, os produtos que incorporaram novas nanotecnologias totalizaram um mercado de US\$ 13 bilhões, menos que 0,1% da produção global de bens manufaturados naquele ano. Em 2014, a projeção é que esse patamar se eleve a US\$ 2,6 trilhões, representando 15% da produção global de bens manufaturados empregando algum tipo de nanotecnologia (ABDI, 2010a).

A Figura 3.1 apresenta a distribuição do mercado mundial de nanotecnologia por setor de atividade, projetada para 2012, conforme estudo da Cientifica Ltd. realizado em 2008.

Figura 3.1 – Mercado global de nanotecnologia por setor de atividade para 2012
(Adaptado de CIENTIFICA LTD, 2008).

Grande parcela do crescimento do mercado de nanotecnologia não provém da produção de nanomateriais básicos, mas, sim, da capacidade de alguns segmentos, como o farmacêutico e o de semicondutores, de transformar os nanomateriais básicos em produtos de

alto valor agregado. Vale ressaltar também que os valores estimados de mercado não se referem apenas às nanotecnologias incorporadas aos produtos finais, mas sim aos valores dos produtos como um todo (ABDI, 2010a).

Nos últimos anos, o Brasil tem avançado consistentemente no desenvolvimento de ações de muita importância em Ciência, Tecnologia e Inovação (C&T&I), com resultados concretos na produção científica, tecnológica e formação de recursos humanos em áreas consideradas estratégicas, particularmente em determinados campos de nanotecnologia e nanociência (N&N) (ABDI, 2010a).

De acordo com o exposto na revisão bibliográfica da presente pesquisa (item 2), vários são os produtos advindos da N&N que empregam alguma operação de usinagem para produzir superfícies com os menores desvios de planeza, menores valores de rugosidade e superfícies e volumes isentos de danos microestruturais. Diversas tecnologias estrangeiras de manufatura estão disponíveis, porém, dentre outros, de alto custo de implantação e manutenção, alta dependência tecnológica de insumos e mão de obra.

A busca por peças cerâmicas altamente tecnológicas com superfícies funcionais necessita das mais sofisticadas técnicas de manufatura. Dentre os processos de remoção de material o principal é a usinagem abrasiva. Durante as três últimas décadas, pesquisadores têm procurado responder às demandas da indústria de máquinas-ferramenta e processos de fabricação que necessitam de componentes com tolerâncias na faixa dos nanômetros (nm) ou até mesmo angstroms (Å).

Na tentativa de satisfazer as novas necessidades da academia e indústria, pesquisadores têm agregado inovações nos processos produtivos, como: a retificação a pressão constante, a cinemática da lapidação e ferramentas abrasivas de grãos fixos com rigoroso controle e monitoramento do seu estado de afiação, para isso empregando alguma operação específica preliminar e/ou em processo contínuo na usinagem. Alguns exemplos desses processos abrasivos especiais são a nanorretificação, a lapidorretificação, a retificação e a lapidorretificação com dressagem eletrolítica em processo contínuo (ELID) e, no Brasil, a lapidorretificação U_d .

O inovador processo brasileiro de lapidorretificação U_d visa suprir essa lacuna de forma econômica, flexível e automatizada. O reduzido número de variáveis de controle aliado aos extraordinários resultados alcançados por seus criadores devem incitar novas pesquisas, especialmente o presente trabalho na área do processamento dentro do regime dúctil de cerâmicas avançadas.

Esta pesquisa evolutiva é sequencia da dissertação de mestrado de Fiocchi (2010) realizada no Laboratório de Tecnologia da Usinagem, LATUS, da Faculdade de Engenharia de Bauru, FEB/Unesp, que complementa o basal desta tese, principalmente quanto a evolução do projeto da lapidorretificadora Fiocchi.

3.2 Evoluções no projeto da lapidorretificadora

Segundo Fiocchi (2010), que projetou e construiu a primeira lapidorretificadora CNC, foram identificados alguns pontos a serem melhorados na máquina-ferramenta e no método de execução do processo abrasivo. Por apresentar bom desempenho na maior parte dos outros aspectos, optou-se por um projeto evolutivo da lapidorretificadora visando à manufatura cerâmica de ultraprecisão.

Dentre as sugestões de atualização apontadas por Fiocchi (2010), destacam-se o sistema de fixação da peça, o acionamento mecânico que imprime a rotação a peça e o sistema elétrico-eletrônico de comando, respectivamente itens 3.2.1, 3.2.2 e 3.2.3 deste capítulo.

3.2.1 Técnica de fixação da peça na lapidorretificadora

König *et al.* (1991) afirmam que o uso do vácuo é muito usado nas placas de fixação em máquinas de ultraprecisão. Os principais atributos, segundo os pesquisadores, são: (1) suportar a peça com pouca ou tecnicamente nenhuma deformação ou distorção, (2) facilidade de manuseio, (3) permitir a centralização da peça com o eixo árvore, (4) proporcionar fácil montagem e desmontagem de peças e (5) possibilitar a correção do balanceamento para peças sem simetria rotacional.

König *et al.* (1991) relatam ainda que a fixação em um único ponto, três pontos e pinças promovem distribuição heterogênea de tensão na peça. As técnicas de embutimento e as placas de vácuo são excelentes opções, uma vez que oferecem tensões distribuídas e adequada fixação.

Neste projeto, foi decidido pelo uso de placas circulares de vidro para montagem do corpo de prova cerâmico delgado sob uma placa de vácuo. Para o pequeno diâmetro do corpo de prova, com as superfícies ainda brutas de sinterização e a pressão máxima da bomba de vácuo disponível, verificou-se que não seria possível fixar rigidamente essas peças diretamente à placa de vácuo sem a presença de um receptáculo (sede) e que este ainda teria

que ter anéis de vedação. Somou-se a isso o desvio de planeza das peças após a sinterização que impede uma rígida retenção por diferença de pressão.

A exemplo da indústria eletrônica decidiu-se então pela adesão das peças em um substrato. Primeiramente, procedeu-se a adesão da peça sobre um disco de vidro de 110 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. O lado do vidro que reteve a peça foi tratado superficialmente com ácido fluorídrico (HF) para aumentar sua área superficial e melhorar a fixação do adesivo. O diâmetro do vidro foi maior que o diâmetro da placa para sobreposição completamente.

O sistema de vácuo contemplou uma bomba de vácuo de simples estágio (*J/B Industries Inc.*, modelo DV-42 e vazão de $7 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}$), conexões pneumáticas instantâneas, uma válvula esférica, um vacuômetro (0 a -101,325 kPa ou -760 mmHg) e tubulação de poliuretano 6x4 mm. O diagrama pneumático é mostrado na Figura 3.2.

Figura 3.2 – Diagrama pneumático do sistema de vácuo da placa de fixação da peça.

O projeto mecânico da placa de vácuo foi baseado nos trabalhos de König *et al.* (1991) e Araujo (2009). O material adotado foi o aço ABNT 1045 temperado e revenido. Os canais de vácuo são circulares com largura, espaçamento e profundidade de 2 mm. A superfície plana foi retificada e lapidada para correção de forma e acabamento. A Figura 3.3 mostra o desenho técnico em corte da placa de vácuo

Figura 3.3 – Desenho técnico em corte da placa ranhurada de vácuo.

Um parafuso Allen M4x0,7 sem cabeça pode ser rosqueado radialmente movimentando-se por um canal visando restringir o vácuo em função do diâmetro de fixação. Neste trabalho, o parafuso foi rosqueado para permitir acesso a todos os canais.

O método de colagem foi baseado na fusão do adesivo *Thermoplastic Quartz Cement*, da *Lakeside*, modelo 70C, que foi aquecido a 100 °C, aproximadamente, em uma base de aquecimento da QUIMIS, modelo Q.261.2.

Primeiramente, a superfície do vidro foi pré-aquecida. Raspas do adesivo foram depositadas sobre o vidro até que a superfície central tivesse um filme de adesivo fundido.

Fez-se uso de um gabarito de papel impresso no centro com um círculo de mesmo diâmetro das peças e outro com a dimensão do vidro para centralização das partes. O gabarito foi colocado entre o vidro e a base aquecida.

Outra placa de vidro foi sobreposta à amostra (sanduíche vidro-peça-vidro) e uma massa de 2 kg apoiada sobre o conjunto para comprimi-lo, distribuindo homogeneamente o adesivo na interface e corrigindo o paralelismo entre as partes. O conjunto foi resfriado ao ar sobre um descanso de madeira. A Figura 3.4 apresenta o vidro sobre o gabarito, a cera fundida, a peça cerâmica e o segundo vidro com a massa de 2 kg.

Figura 3.4 – Técnica de fixação da peça com adesivo.

3.2.1.1 Cabeçote

A substituição do antigo porta-peça, que empregava 2 parafusos de retenção a 120° (Figura 3.5), por um com fixação à vácuo gerou a necessidade de um projeto evolutivo do cabeçote, já que não foi tecnicamente viável alterar o modelo anterior (Figura 3.6).

Dentre outras necessidades, o antigo corpo do cabeçote teria que permitir a usinagem de alojamentos para os retentores de vedação e canais de transmissão de vácuo. Além disso, a compensação de perpendicularismo era feita pelo desalinhamento angular do eixo e esse

movimento tornaria a solução técnica de vedação para o uso de vácuo ainda mais difícil e onerosa.

Figura 3.5 – Porta-peça com fixação de até 6 peças, cada uma por meio de dois parafusos Allen M4x0,7 a 120° (FIOCCHI, 2010).

Figura 3.6 – Remoção do cabeçote (FIOCCHI, 2010).

Os principais pré-requisitos do projeto do novo cabeçote foram: (1) suportar os esforços de usinagem, (2) transmitir momento torsor ao porta-peça, (3) ajuste angular constante para correção do paralelismo da superfície da peça em relação ao rebolo na própria placa de vácuo; (4) estanqueidade de vácuo durante a rotação do eixo do cabeçote; (5) fácil montagem e desmontagem da placa de vidro e (6) adaptação física ao restante da estrutura do eixo Z, que não foi alterada (Figura 3.7), possibilitando a usinagem de peças com até 15 mm de espessura.

Figura 3.7 – Guia linear do eixo Z que se conecta a superfície funcional da estrutura do cabeçote.

O desenho técnico em corte do conjunto montado do cabeçote é mostrado na Figura 3.8 e o desenho do conjunto montado em perspectiva na Figura 3.9. As letras representam cada elemento do sistema, a saber: (a) eixo principal, (b) porca autotravante do eixo principal (M10x1,0), (c) arruela de proteção do rolamento superior, (d) carcaça do cabeçote, (e) tampa da carcaça e sede dos retentores, (f) anel intermediário da cruzeta; (g) placa ranhurada para fixação da peça, (h) parafuso Allen sem cabeça (M4x0,7x5,0) para ajuste da área submetida ao vácuo, (i) tubo de poliuretano ($\varnothing 6 \times 11,0$), (j) anel *o'ring*, (k) eixo de reforço da cruzeta, (l) parafuso Allen M3x0,5x20,0, (m) rolamento rígido de esferas NSK 363 ZZ, (n) anel espaçador dos retentores, (o) retentor R5 24x36x6, (p) anel espaçador dos rolamentos de rolos cônicos e (q) rolamento de rolos cônicos NSK 30302J.

Figura 3.8 – Desenho técnico em corte do conjunto montado do cabeçote.

Figura 3.9 – Desenho do conjunto montado do cabeçote, sem parafusos, em perspectiva.

Sua estrutura foi confeccionada em aço ABNT 1045. Depois de usinado, teve sua superfície oxidada para conferir-lhe resistência à corrosão. O cabeçote contém dois rolamentos de rolos cônicos NTN 30302, montados em X com pré-carga de 50 N, um eixo escalonado com rasgo de chaveta, dois retentores de aba simples de Viton da Vedabrás (R5x24x36x6) e oito rolamentos rígidos de esferas NSK, modelo 693ZZ.

A correção do perpendicularismo entre a placa e a superfície plana do rebolo foi possível pela introdução de uma cruzeta com dois graus de liberdade de rotação a 90° entre si. Foi feito uso de um tubo flexível de poliuretano 4x2 mm para conexão pneumática entre a placa e o eixo do cabeçote.

A montagem das partes, que promovem a articulação angular do cabeçote; peças G, F e A, fez uso de um relógio comparador para garantir a concentricidade dos elementos com o eixo do cabeçote, minimizando o batimento axial resultante da placa ranhurada, representada pela letra G. O batimento radial final foi inferior a 0,05 mm.

3.2.2 Acionamento do porta-peça

A técnica foi modificada para corrigir a rotação irregular do porta-peça, antes feito com o auxílio do eixo flexível (FIOCCHI, 2010) que foi substituído por um servomotor conectado diretamente ao eixo motriz do cabeçote por meio de uma chaveta deslizante. Essa alteração pretende corrigir a falta de rigidez torcional do eixo flexível que promoveu a rotação irregular desse subsistema, comprometendo, principalmente, a planeza dos corpos de prova (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011).

O servo acionamento foi adotado devido a sua curva característica de torque constante para a faixa de rotação necessária para a lapidorrretificação, definida em projeto entre ± 500 rpm.

O dimensionamento do servomotor levou em consideração a condição crítica de maior solicitação para vencer o atrito estático de rotação quando toda a área do porta-peça foi pressionada contra o rebolo, de menor tamanho de grão e parado, com carga máxima de usinagem. Nessa situação, os materiais das superfícies em contato foram o aço ABNT 1045 e o rebolo de SiC de #800 de ligante epóxi. Ensaios preliminares demonstraram menor coeficiente de atrito para a zircônia e, por essa razão, considerou-se a condição descrita como crítica.

O torque foi mensurado com o auxílio de um torquímetro de estalo com certificado de calibração, modelo TEC da TorkFort Ferramentas, com exatidão de $\pm 4\%$ sobre o valor de

leitura. O torque foi aplicado ao eixo em incrementos de 4,9 N.m, até que esse parasse de estalar e o eixo rotacionasse. O movimento ocorreu com 9,8 N.m. Resistência mecânica extra foi exercida ao porta-peça segurando-se o eixo para certificar-se que o torque não estava próximo do valor de leitura do torquímetro. O experimento revelou que o valor real estava entre 4,9 e 9,8 N.m, mas bem afastado do limite superior.

Diante das opções de torque, potência, gama de rotação e servo controle disponíveis no catálogo da DELTA[®], foi escolhido o servomotor de 2 kW de potência, 2000 rpm e 9,55 N.m na zona de carregamento contínuo, modelo ASDA-A2.

Um flange e quatro barras cilíndricas de 15,875 mm de diâmetro, 300 mm de comprimento com furos roscados (M8x1,25x20) nas duas extremidades, foram parafusadas sobre o conjunto mecânico do eixo Z para fixar o servomotor à máquina. O flange foi cortado a laser em chapa de aço ABNT 1045 de 7,937 mm de espessura e a qualidade do corte não exigiu retrabalho.

Figura 3.10 – Desenho do conjunto montado em perspectiva dos componentes do sistema de acionamento do porta-peça.

O dimensionamento do flange e das quatro barras de suporte fez uso da massa suspensa, do momento torsor máximo aplicado pelo servomotor e da experiência do projetista.

O eixo do motor e o eixo do porta-peça foram interconectados com um acoplamento elástico Kalatec, modelo ADS-60-K, de 75 N.m de torque nominal e rigidez à torção de 8934 N.m/rad.

A Figura 3.10 apresenta o desenho do conjunto montado, em perspectiva, dos componentes do sistema de acionamento do porta-peça modificados.

A Figura 3.11 apresenta, esquematicamente, o esboço das principais modificações aplicadas à estrutura da lapidorretificadora Fiocchi.

Figura 3.11 – (a) Esboço dos subconjuntos da lapidoretificadora (a) Fiocchi (2010) e (b) atual.

O servo comando foi montado em um painel elétrico separado do painel elétrico da lapidorretificadora a fim de favorecer sua utilização em outras aplicações do LATUS. A instalação elétrica agregou eletro calhas, trilho DIN, barra de terra, um disjuntor tripolar WEG de 10 A, um contator WEG CWM.9, um ventilador com filtro metálico na lateral superior esquerda, prensa cabos, uma lâmpada sinalizadora verde, uma chave de contato NA, apoios de borracha antivibração e um botão de emergência. Este tem duas funções: parar o programa de comando e interromper a energia do servomotor. As bitolas e o espaçamento dos cabos elétricos respeitaram o manual do fabricante.

3.2.3 Sistema elétrico-eletrônico de comando

A tecnologia de acionamento dos eixos de translação por meio de motores de passo foi mantida, pois atende as exigências de projeto quanto à exatidão, resolução e repetibilidade. Todavia, os *drivers* de comando e os motores de passo foram substituídos por modelos industriais para sanar os problemas relatados por Fiocchi (2010) quanto à ressonância mecânica que promovia erro de posição e atrapalhava a aquisição do sinal de EA.

Segundo Slocum (1992) a resolução é a menor variação de posição executável pelo sistema mecânico ou que seja perceptível pelo sistema de controle. Os outros dois termos definem erros de posição.

A exatidão (*accuracy*) é a habilidade do equipamento em alcançar uma posição no espaço. É o erro entre a posição de interesse (programado) e a posição atingida.

A repetibilidade ou precisão (*repeatability*), por sua vez, é a habilidade do equipamento em voltar a uma posição previamente alcançada, representada pela nuvem de pontos ao redor da posição 1 ou 2. A Figura 3.12 ilustra esses conceitos.

Figura 3.12 – Definição de resolução, exatidão e repetibilidade (Adaptado de SLOCUM, 1992).

Conforme Slocum (1992) a resolução do sistema depende do passo do fuso, a resolução do motor e características de acoplamento. Entre o motor e o fuso foi adotado um conjunto de duas polias e uma correia sincronizadora, com redução de 2:1. A Equação 3.1 fornece a resolução do sistema de movimentação.

$$Resolução = \frac{\text{passo do fuso}}{\text{número de pulsos do motor} \times \text{redução}} \quad (3.1)$$

Para fuso de esferas recirculantes com passo de rosca de 4 mm, 400 passos por revolução dos motores de passo (modo de meio passo) e redução 2:1, a resolução dos eixos X e Y foi igual a 0,005 mm. No eixo z, por sua vez, o fuso tem 2 mm de passo e, consequentemente, a resolução deste eixo foi igual a 0,0025 mm.

Os antigos *step motor drivers* HobbyCNC unipolar, modelo SMC-U-PRO V4.0, e a interface BUFFER PC V2.0 (FIOCCHI, 2010), foram trocados por três *step motor drives* modelo STR8 da fabricante Applied Motion Products (Figura 3.13).

Figura 3.13 – *Step motor driver* STR8 (Adaptado de APPLIED MOTION PRODUCTS, 2010).

As principais vantagens do STR8, que vem ao encontro das necessidades almejadas, são: operação no modo passo e direção (*step & dir*), entrada de habilitação (*enable input*), saída de falha (*fault output*), isolamento óptico I/O, filtros digitais para prevenção de erro de posição, amortecimento eletrônico, sistema antirressonância, redução automática de corrente em modo de espera para minimizar aquecimento e resolução de passo selecionável (200, 400, 2000, 5000, 12800 e 20000 passo/revolução). O diagrama de bloco do STR8 é mostrado na Figura 3.14.

Figura 3.14 – Diagrama de bloco do *step motor drive* STR8 (APPLIED MOTION PRODUCTS, 2010).

Cada um dos *step motor drives* STR8 é alimentado separadamente por uma fonte toroidal Kalatec de alta eficiência, baixa dispersão magnética e menor irradiação, modelo PSK-3, com tensão de alimentação 220 VAC e tensão de saída 70 a 80 VDC e corrente elétrica máxima de 7 A (Figura 3.15). Para a potência elétrica instalada, a proteção do conjunto é feita por um disjuntor bipolar WEG de 16 A.

Figura 3.15 – Fonte KTC PSK-3 560 W (Adaptado de KALATEC, 2013).

Os três motores de passo, modelo HT23-401 NEMA 23, são da *Applied Motion*. As principais características são: 8 fios, torque estático de 1,8 N.m, corrente nominal de 3 A, para ligação bipolar em série das bobinas, e inércia de 480 g.cm². A ligação bipolar em série foi

adotada porque oferece maior torque inicial (KALATEC, 2012). Os eixos foram configurados para trabalhar com avanço rápido de 2 m/min e aceleração e desaceleração de $0,3 \text{ m/s}^2$.

O aumento da potência instalada da lapidorretificadora levou a substituição do disjuntor de entrada para um tripolar WEG de 20 A. A Figura 3.16 ilustra um esboço do diagrama elétrico.

Figura 3.16 – Representação do diagrama de acionamento e controle da segunda versão da lapidorretificadora Fiocchi.

Os cabos de controle, que constituem a conexão elétrica entre os sistemas de controle e o microcomputador, foram interconectados por conectores SAK numerados e fixados no lado interno da porta do painel elétrico.

O programa de controle foi atualizado para o LinuxCNC. Os parâmetros de comando de passo (step) e direção (dir) foram corrigidos em função das características do STR8.

Outro sistema aprimorado foi o de pulverização de fluido de corte. Manualmente, antes e após cada ciclo de usinagem era necessário abrir e fechar, respectivamente, um pequeno registro no *Venturi* para evitar que o fluido de corte continuasse a sair pelo bocal por gravidade, já que o reservatório fora posicionado acima do nível do bocal para promover sucção suficiente para vencer o peso da coluna de fluido. A solução adotada foi inserir uma eletroválvula solenoide NF na mangueira de transporte de fluido de corte entre o reservatório e o Venturi. A eletroválvula do fluido de corte foi sincronizada com a eletroválvula do ar comprimido, ambas de 12 VDC. A Figura 3.17 representa o diagrama em questão.

Figura 3.17 – Diagrama pneumático, hidráulico e elétrico do pulverizador de fluido de corte da lapidorrretificadora.

O reservatório de fluido de corte foi fixado na lateral esquerda da máquina, consistindo de uma garrafa PET reciclada para cada um dos fluidos testados. A escolha de garrafas de volume entre 1,5 e 3 l foi consequência do pequeno consumo da técnica de MQF.

O disco de lapidação recebeu um anel de aço ABNT 1020 oxidado que foi fixado por interferência e colado ao disco para proteger o eixo e mancais do rebolo contra contaminação, substituindo a antiga proteção de borracha que se deteriorava rapidamente na presença de fluido de corte e do óleo mineral de proteção aplicado ao final do uso do equipamento. A região do rebolo foi isolada do restante da máquina, principalmente as guias lineares, por meio de um anteparo, agindo como uma cuba e, assim, contendo os fluidos e resíduos de usinagem.

O sistema de limpeza do rebolo também foi atualizado. A Figura 3.18 ilustra a nova disposição dos bocais de aspiração e aplicação de fluidos.

Figura 3.18 – Localização dos bocais de aspiração e aplicação de fluido de corte.

O aspirador de limpeza foi posicionado acima da tampa de uma caixa d'água plástica de 500 l e o reservatório do aspirador foi comunicado com a caixa d'água. Essa transformação aumentou o volume de coleta dos resíduos do processo. Além disso, foi adicionado um filtro para recuperar o abrasivo.

Foi projetado e construído um suporte de teclado e *mouse* que foi fixado na parte inferior do painel elétrico lateral articulado, visando ergonomia e funcionalidade.

3.3 Seleção e manufatura da zircônia TZ-3Y-E

A zircônia policristalina de estrutura tetragonal parcialmente estabilizada com 3 mol% de ítria (TZ-3Y-E) foi escolhida devido às suas excepcionais características superficiais de acabamento, sua relativa alta tenacidade à fratura e a possibilidade da investigação da transformação de fases nas camadas superficiais induzidas pelas condições de usinagem. O fornecedor foi a empresa japonesa TOSOH CORPORATION em razão do seu reconhecimento internacional de qualidade e as características de tamanho submicrométrico dos pós, possibilitando a obtenção de peças com grãos de dimensões próximas a 1 μm , segundo o fabricante, que são compatíveis com o nível de acabamento superficial desejado nesta pesquisa.

O processamento desenvolvido visou à minimização dos defeitos para que não tenham influência significativa nos resultados da lapidorrretificação U_d .

A Figura 3.19 ilustra, esquematicamente, as etapas e as principais características da manufatura da zircônia TZ-3Y-E desta pesquisa.

Figura 3.19 – Etapas e características da manufatura cerâmica.

3.3.1 Corpos de prova

A geometria escolhida para as amostras de TZ-3Y-E foi a cilíndrica, primeiro pela disponibilidade de diversos moldes cilíndricos no Laboratório de Tribologia e Compósitos (LTC) e, segundo, pela versatilidade da técnica na conformação de corpos delgados.

A rota de processamento cerâmico (Figura 3.19) envolveu, basicamente, a confecção de um jarro de mistura, a mistura do pó cerâmico com defloculante, ligante e solvente em um moinho de bolas (jarro + esferas cerâmicas), secagem, granulação, seleção, compactação, sinterização e usinagem dos corpos cerâmicos policristalinos.

3.3.1.1 Construção do jarro

O modelo de jarro empregado foi desenhado por Carlos (2007). O jarro de Nylon[®] de volume interno de 100 ml, ideal para pequenos lotes de produção, foi usinado no Laboratório de Tecnologia da Usinagem, LATUS, da Faculdade de Engenharia de Bauru, FEB/Unesp.

A Figura 3.20 mostra o esboço digital translúcido em perspectiva, à direita, e a fotografia do jarro com seus elementos, à esquerda.

Figura 3.20 – Esboço digital e jarro de Nylon®.

Para a primeira limpeza, foram utilizados 0,5 kg de esferas de zircônia Tosoh YTZ[®], com 10 mm de diâmetro, e água destilada até o nível das esferas. O jarro foi preso ao mini-moinho de bolas (CARVALHO, 2007) e agitado por 5 horas. Em seguida a água foi substituída por álcool isopropílico e o jarro rotacionado por mais 10 minutos.

A Tabela 3.1 lista as propriedades típicas das esferas de zircônia.

Tabela 3.1 – Propriedades típicas dos agentes de moagem Tosoh YTZ[®].

Composição química	95% peso ZrO ₂ , 5% peso Y ₂ O ₃
Densidade específica	6,0 g/cm ³
Resistência à flexão	1200 MPa
Dureza (HV10)	1250
Módulo de elasticidade	210 GPa
Tenacidade à fratura	6,0 MPam ^{0.5}

Fonte: <http://www.tosoh.com/our-products/advanced-materials/zirconia-grinding--dispersion-media>.

A velocidade de rotação deve proporcionar a transformação da energia cinética em energia potencial, promovendo a colisão entre as esferas. Recomenda-se utilizar de 60 a 70% da velocidade na qual as esferas não caem em queda livre no interior do jarro, chamada de velocidade crítica, V_{crit} . A Equação 3.2 relaciona V_{crit} , em rotações por minuto (rpm), com o diâmetro interno, D , do jarro, em milímetros.

$$V_{crit} = \frac{1338,2}{\sqrt{D}} \quad (3.2)$$

Para o diâmetro interno do jarro de 70 mm e 65% da V_{crit} , a rotação do jarro deve ser de 103,95 rpm. O inversor de frequência do moinho foi ajustado para a frequência de 5,6 Hz, correspondendo a 104 rpm.

3.3.1.2 Preparação do pó cerâmico

A cerâmica escolhida foi a zircônia tetragonal policristalina parcialmente estabilizada com 3 mol% de ítria (Y_2O_3) da fabricante Tosoh, modelo TZ-3Y-E, por apresentar propriedades atrativas ao estudo como dureza de 1250 HV, módulo elástico de 210 GPa, tenacidade à fratura de $5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{0,5}$, resistência à flexão de 1200 MPa e tamanho de partícula inferior a $0,3 \mu\text{m}$. Segundo o fabricante, o material apresenta propriedades superiores de sinterização e elevada resistência ao envelhecimento (<3% - 20 horas, água 140°C) com menor temperatura de sinterização (1350°C) devido à utilização dos últimos processos de hidrólise e nanotecnologias. O corpo sinterizado tem estrutura cristalina composta por finos grãos (< $0,3 \mu\text{m}$) que promovem melhora da resistência, tenacidade à fratura, assim como resistência superior ao desgaste e envelhecimento. A Tabela 3.2 apresenta as principais características do pó e propriedades do corpo sinterizado de zircônias Tosoh estabilizadas com Y_2O_3 . O certificado de análise química do material fornecido é mostrado na Tabela 3.3.

Tabela 3.2 – Propriedades do pó e corpo sinterizado de zircônias Tosoh TZ-3Y-E.

Característica do pó	TZ-3Y-E
Y_2O_3 (mol%)	3
Área superficial específica (m^2/g)	16 ± 3
Aparência	grânulo
Propriedades típicas do sinterizado	TZ-3Y-E
Densidade (g/cm^3)	6,05
Resistência à flexão (MPa)	1200
Dureza (HV10)	1250

Fonte: <http://www.tosoh.com/our-products/advanced-materials/zirconia-powders>.

Tabela 3.3 – Certificado de análise do pó de zircônia Tosoh TZ-3Y-E lote número Z305181P.

Constituinte	Unidade	Especificação	Resultado da análise
Y_2O_3	%	4,95~5,35	5,32
Al_2O_3	%	0,15~0,35	0,257
SiO_2	%	Máx. 0,02	0,004
Fe_2O_3	%	Máx. 0,01	0,004
Na_2O	%	Máx. 0,04	0,026
Perda Ig	%	Máx. 1,2	0,77
Área superficial específica	m^2/g	13~19	14,9
Parâmetro de rede	Å	-	270

Fonte: Tosoh Corporation.

Os aditivos foram misturados com o pó da zircônia no mesmo mini-moinho de bolas a 104 rpm. O jarro teve 30 vol% do volume útil preenchido com o pó de zircônia ($\rho = 6,05 \text{ g/cm}^3$), 0,5 kg de agentes de moagem e 70 vol% do volume útil de álcool isopropílico ($\rho = 0,786 \text{ g/cm}^3$, ACS da Labsynth Ltda.) como solvente e meio líquido da barbotina.

O ligante escolhido foi o Polivinil-butiral (PVB - Butvar B98; $\rho = 1,1 \text{ g/cm}^3$). Inicialmente, foram adicionados 0,5% da massa de ZrO_2 de PABA (ácido 4-aminobenzóico) como defloculante e a mistura foi agitada por 12 horas. Em seguida, acrescentou-se mais 2,0% da massa de ZrO_2 de PVB como ligante, e a homogeneização perdurou por mais 2 horas.

Após a etapa de mistura e desaglomeração, o conteúdo do jarro foi despejado em uma cuba de vidro, dentro da capela do LTC para evitar a inalação de vapor. Com ajuda de um soprador térmico, a mistura foi agitada manualmente. Foram utilizadas luvas de procedimento isentas de talco para evitar a contaminação. A Figura 3.21 mostra a etapa da mistura e as diferentes fases da secagem.

Figura 3.21 – Mistura em moinho de bolas e secagem manual da cerâmica.

A granulação do pó aconteceu manualmente durante a secagem e a classificação/seleção em peneira (Solotest) malha #80 (NBR 180 μm) para conferir homogeneidade dimensional aos aglomerados e facilitar a prensagem. Peneira e cuba coletora são ilustradas na Figura 3.22.

Figura 3.22 – Peneira Solotest com abertura de malha de 180 μm utilizada para granular e selecionar a cerâmica.

3.3.1.3 Conformação

A conformação dos corpos cerâmicos incidiu em duas etapas, respectivamente prensagem uniaxial e isostática.

Primeiramente, por meio da prensagem uniaxial de simples efeito em molde de aço com diâmetro de 37 mm e área da seção transversal de $10,75 \text{ mm}^2$ (Figura 3.23) disponível no Laboratório de Tribologia e Compósitos (LTC).

Figura 3.23 – Molde para prensagem uniaxial de simples ação.

A espessura almejada para a peça sinterizada foi de aproximadamente 3,5 mm. Adotando uma máxima contração de sinterização de 20%, determinou-se a espessura do corpo verde de 4,75 mm. Para cada amostra, portanto, foram necessários 13,6 g de TZ-3Y-E. A massa do pó foi mensurada em uma balança analítica OHAUS®, modelo TS4000D.

O pó foi inserido manualmente no molde com ajuda de uma vasilha plástica, nivelado com uma espátula de aço inoxidável e levemente agitado por uma mesa vibratória da Labortechnik GmbH, modelo THYR2, buscando homogeneização de preenchimento.

A prensagem uniaxial ocorreu na prensa hidráulica Skay de 60 toneladas de capacidade máxima. O manômetro do equipamento, calibrado para leitura de força em kgf, tem divisão da escala de 2000 kgf. A pressão desejada era de 80 MPa, entretanto, o manômetro não possibilita a leitura exata de 8600 kgf necessária para a pressão de 80 MPa. Adotou-se, portanto, a força de 9000 kgf, resultando em uma pressão efetiva de 83,7 MPa.

Após a prensagem, os compactados ficaram com espessura de $4,72 \pm 0,03 \text{ mm}$.

A preparação das amostras para prensagem isostática em molde úmido envolveu a inserção das peças em balões elastoméricos e a evacuação do ar por uma bomba de vácuo (Figura 3.24).

Durante 30 s manteve-se a pressão a 200 MPa para homogeneizar a compactação, minimizando os maiores gradientes de densidade característicos da prensagem uniaxial. O alívio da pressão da câmara foi lento e levou 10 s, aproximadamente. A prensa empregada foi do tipo molde úmido, marca AIP e modelo CP360.

Figura 3.24 – Preparação das amostras em recipiente elastomérico hermético para prensagem isostática em molde úmido.

3.3.1.4 Sinterização

A sinterização ocorreu em atmosfera ambiente em forno elétrico tipo câmara (Lindberg, modelo Blue M). A temperatura de sinterização sugerida pelo fabricante é de 1350 °C, entretanto o fabricante não especifica as condições de sinterização, prensagem, tão pouco os aditivos utilizados.

Para as condições desta pesquisa, a determinação da temperatura ideal de sinterização foi obtida submetendo-se cada conjunto de três peças a diferentes temperaturas de sinterização, a saber: 1350, 1400, 1420 e 1450 °C, com rampa de aquecimento de 3,89 °C/min e 2 horas de patamar. O objetivo foi encontrar a temperatura que proporcionou menor porosidade sem o crescimento acentuado dos grãos. Empregou-se a norma ASTM C73, que faz uso da técnica de Arquimedes, para cálculo da porosidade aparente aberta e densidade.

A observação da microestrutura foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV/FEG) sem ataque térmico nem polimento, apenas com a deposição física a vapor de ouro na superfície das amostras para torná-las condutoras elétricas.

3.3.1.5 Caracterização cerâmica pré-usinagem

Amostra do pó cerâmico exatamente como fornecido pela Tosoh, amostra do pó granulado e uma peça conformada foram caracterizadas por MEV-FEG para conhecimento das microestruturas quanto ao tamanho e forma das partículas, aglomerados e porosidade.

O compactado foi avaliado por MEV-FEG e microscopia confocal.

Amostras de pós TZ-3Y-E e monoclinico (Tosoh TZ-0) e um compactado monoclinico (Tosoh TZ-0 prensado uniaxialmente a 80 MPa) sem ligante foram fotografados em microscópio de epi-fluorêscia. As matérias primas e uma peça sinterizada foram avaliadas por DRX. A microdureza Vickers de amostras sinterizadas também foi medida.

3.4 Lapidorretificação U_d

Os discos de zircônia TZ-3Y-E foram lapidorretificados visando o melhor acabamento diretamente após sinterização, minimizando a introdução de defeitos típicos da retificação. Além disso, buscou-se avaliar a capacidade da lapidorretificação U_d em substituir os tradicionais processos consecutivos de retificação, lapidação e polimento.

Foram analisadas, respectivamente, as influências da profundidade de dressagem (a_d), pressão de lapidorretificação (P), tipo e técnica de aplicação de fluido de corte, granulometria da partícula abrasiva (#) e grau de recobrimento na dressagem (U_d). Outros parâmetros do processo foram mantidos constantes, tais como a rotação do rebolo (n_r), rotação da peça (n_p), aglomerante do rebolo e a geometria do dressador de ponta única de diamante.

Ensaio preliminares demonstraram consistência/repetibilidade dos resultados como se espera de um processo abrasivo UP. A opção por esse modelo experimental não tem, portanto, o objetivo de estudar estatisticamente qual, ou quais parâmetros, tem maior ou menor influência na lapidorretificação U_d , o que tornaria o período experimental demasiadamente extenso e inviável dentro do cronograma e objetivo estabelecido, postergando tal tarefa, consequentemente, para trabalhos futuros.

Os testes mostrados na presente pesquisa foram realizados progressivamente analisando a influência de cada um dos parâmetros na rugosidade isoladamente. Quando se descobriu o valor ideal, este passou a ser adotado no estudo subsequente. Os valores iniciais foram baseados nos resultados da dissertação de Fiocchi (2010).

A Tabela 3.4 detalha as condições da lapidorretificação U_d estudadas.

Nos ensaios de 1 a 4, foi identificado o a_d que implicou a menor rugosidade dentre quatro condições, a saber a_d 's 0,05, 0,10, 0,15 e 0,20 mm, respectivamente. A P nos ensaios 2, 5, 6 e 7, respectivamente, 100, 150, 200 e 250 kPa. O tipo de fluido de corte e a técnica de aplicação nos ensaios 2, 8, 9 e 10, nos quais foram testados a emulsão aplicada com MQF, água com MQF, água abundante e óleo com MQL, respectivamente.

Tabela 3.4 – Parâmetros e condições de lapidorrificação U_d avaliados.

PARÂMETRO EM ESTUDO	ZrO ₂ -3Y		DRESSADOR	DRESSAGEM						LAPIDORRETIFICAÇÃO U _d							
	Critério avaliado	Número / Lado	Número	Parâmetros de entrada				Parâmetros de saída				Parâmetros de corte			Parâmetros de entrada		n [rpm]
				U _d	a _d [mm]	r _p [mm]	n [rpm]	b _d [mm]	b _{dr} [mm]	S _d [mm]	f [mm/min]	Pressão de corte [kPa]	Tipo	Fluido de corte	Rebolo [Mesh]		
a _d	Rugosidade	1	1		0,05	0,510	100	0,452	0,301	0,151	15,055	100	emulsão	MQF	800	100	
		2	2		0,10	0,490		0,626	0,417	0,209	20,870						
		3	3		0,15	0,480		0,759	0,506	0,253	25,298						
		4	4		0,20	0,490		0,885	0,590	0,295	29,515						
5		5	3		0,490	0,626		0,417	0,209	20,870	150	emulsão	MQF				
6		6		0,490	0,626	0,417		0,209	20,870	200							
7		7		0,470	0,613	0,409		0,204	20,440	250							
P		8	8		0,570	0,675		0,450	0,225	22,509	100	água	MQF				
		9	9		0,460	0,607		0,404	0,202	20,221				água			abundante
		10	10		0,460	0,607		0,404	0,202	20,221							
	Fluido e técnica de aplicação	Potência elétrica e Rugosidade	11a e 11 b	11			0,585	0,684	0,684	0,684	68,411	100	emulsão	MQF	800		
12a e 12 b			12	1	0,1	0,437	0,591	0,591	0,591	59,127	600						
13a e 13b			13			0,441	0,594	0,594	0,594	59,397	300						
14a e 14b			14			0,512	0,640	0,427	0,213	21,333	800						
15a e 15 b			15	3		0,536	0,655	0,437	0,218	21,828	600						
16a e 16b			16			0,542	0,658	0,439	0,219	21,949	300						
17a e 17b			17			0,570	0,675	0,405	0,135	13,506	800						
18a e 18b			18	5		0,489	0,625	0,375	0,125	12,509	600						
19a e 19b			19			0,552	0,665	0,399	0,133	13,291	300						

Nos ensaios de 11a a 19a foram analisadas as influências do U_d e granulometria dos rebolos. De 11b a 19b os ensaios foram repetidos sob as mesmas condições, mas no outro lado das mesmas peças para aquisição da potência elétrica RMS de lapidorretificação U_d . Também foram aquisitadas as potências elétricas RMS de dressagem antes de cada um dos ensaios de 11 a 19.

Os ensaios de lapidorretificação U_d de 11a a 19a foram interrompidos regularmente para medição da rugosidade. Os intervalos foram 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40 e 60 minutos, escolhidos com base nos ensaios preliminares. Apenas os ensaios de 11b a 19b, que visavam a aquisição da potência elétrica de usinagem, ocorreram ininterruptamente por 60 minutos.

Quanto as vazões de fluido de corte, na técnica abundante a vazão da água foi de $8,33 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$. Nas nebulizadas (MQF e MQL), por sua vez, a pressão do ar comprimido variou entre 650 e 700 kPa e a vazão média dos fluidos foi de $2,78 \times 10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ nas duas situações (FIOCCHI, 2010).

Os fluidos empregados com a técnica MQF foram água filtrada, emulsão e óleo. A emulsão foi preparada na proporção de quarenta partes de água filtrada para uma parte de óleo em volume (40:1), sendo escolhido o óleo solúvel semissintético Rocol Ultracut 370. O óleo foi o Accu-Lube LB-2000, produzido com ingredientes de base natural e óleos vegetais, biodegradável, atóxico e seguro para o operador, segundo as características descritas pelo fabricante (FIOCCHI, 2010).

Por questões econômicas e, principalmente ambientais, não foi empregada a técnica abundante com fluidos de corte contendo qualquer tipo de óleo em sua composição, minimizando o volume de material descartado e o potencial de poluição ambiental (FIOCCHI, 2010).

Os cálculos das vazões do fluido de corte aconteceram de duas maneiras distintas. Quando da utilização de água em abundância, foi medida a variação no nível do reservatório em função do tempo. Para a MQF, entretanto, foram medidas as variações das massas dos reservatórios em função do tempo que, posteriormente, foram transformadas em unidade de vazão volumétrica no Sistema Internacional de Unidades (FIOCCHI, 2010).

3.4.1 Abrasão dois e três corpos na lapidorretificação U_d

O ensaio visou avaliar o desempenho da lapidorretificação U_d frente o predomínio da abrasão dois ou três corpos. A técnica foi baseada na sucção dos resíduos por um aspirador industrial. O método envolveu adição de abrasivos soltos e o posicionamento estratégico de

bocais de aspiração sobre regiões específicas do rebolo. Dois deles localizados antes, cobrindo por completo uma faixa radial do rebolo, e um imediatamente após o porta-peça, fixado a mesma distância radial do centro da peça em relação ao centro do rebolo, conforme mostrou a Figura 3.18.

O ensaio fez uso do rebolo de #800 de SiC dressado com $U_d = 3$, $a_d = 0,20$ mm, $P = 100$ kPa e as mesmas condições de aplicação de emulsão via MQF utilizadas anteriormente. A Tabela 3.5 expõe os períodos de aspiração e adição de abrasivo durante a lapidorrretificação U_d .

Tabela 3.5 – Condições do ensaio de abrasão dois e três corpos.

Intervalo [minutos]	Aspiração	Adição de Al_2O_3	Fluido de corte
0 a 20	Desligada	não	Emulsão + MQF
20 a 40	Desligada	não	Emulsão + MQF
40 a 60	Desligada	não	Emulsão + MQF
60 a 80	Ligada	não	Emulsão + MQF
80 a 100	Desligada	sim	Emulsão + MQF
100 a 120	Ligada	sim	Emulsão + MQF

Nos primeiros sessenta minutos a aspiração permaneceu desligada. De sessenta a oitenta minutos o aspirador foi acionado. Com o aspirador desligado entre oitenta e cem minutos foi gotejada uma suspensão de 20 vol% de Al_2O_3 de 1 μ m de diâmetro médio equivalente. A suspensão foi gotejada manualmente com uma pisseta, aplicada imediatamente antes do porta-peça a cada 30 segundos durante todo o período de análise.

Ao final de cada período de vinte minutos a amostra cerâmica foi limpa e levada ao rugosímetro para quantificação da rugosidade.

3.4.2 Monitoramento da potência elétrica

O monitoramento da dressagem e da lapidorrretificação U_d foi realizado por meio da potência elétrica consumida pelo motor principal, com o auxílio de um multimedidor trifásico de grandezas elétricas da empresa Ciber, modelo CVM NGR-96, que equipa a máquina-ferramenta. O equipamento mede, calcula e exibe as principais grandezas elétricas do sistema trifásico equilibrado ou desequilibrado. A medição se realiza em “true root mean square” (TRMS), através de três entradas de sinais de tensão em corrente alternada e três entradas

isoladas de corrente alternada de 5 A. Todas as grandezas são exibidas em um visor, onde é possível programar a exibição das variáveis desejadas.

O CVM NGR-96 foi conectado ao microcomputador através de uma ponte de comunicação RS-485, viabilizando, por meio de um programa computacional, a aquisição dos dados em memória a cada 60 segundos, visualização gráfica e total gerenciamento remoto do equipamento, tanto na visualização das variáveis quanto na sua programação (FIOCCHI, 2010).

3.4.3 Rebolos

Os três rebolos, de fabricação SIVAT, têm 340 mm de diâmetro e 25 mm de espessura, são constituídos de partículas abrasivas de SiC, aglutinados por ligante resinóide epóxi, prensados a quente, com granulometrias de #300, #600 e #800 cada. A fixação dos rebolos ao disco de lapidação da lapidorretificadora foi feita por um flange e um parafuso Allen M12x1,75 mm no furo central dos rebolos (FIOCCHI, 2010). Os rebolos convencionais de SiC foram adotados devido as propriedades do abrasivo, como dureza de 2800 HV, módulo elástico de 410 GPa e friabilidade frente a dressagem e a usinagem.

3.4.4 Dressador

O dressador adotado foi o de ponta única de diamante natural da Royal Diamond, mostrado no desenho da Figura 3.25, com diâmetro da haste de 8 mm, comprimento total de 46 mm, comprimento exposto do diamante de 1 mm. O diamante cônico foi lapidado com ângulo de 60° e raio de ponta de 0,5 mm, aproximadamente (FIOCCHI, 2010).

Figura 3.25 – Desenho técnico, fora de escala, do dressador de ponta única de diamante natural fornecido pela empresa Royal Diamond (FIOCCHI, 2010).

Os raios de ponta de todos os dressadores foram medidos com o auxílio da câmera digital Samtek STK 3520, acoplada ao microscópio óptico Nikon, modelo SMZ800. As imagens foram adquiridas por meio do programa PixelView e mensuradas no programa AutoCad.

Para dressadores novos, a largura de atuação, b_d , foi calculada pela Equação 3.3. em função do raio de ponta, r_p , e da profundidade de dressagem, a_d .

$$b_d = \sqrt{8 \cdot r_p \cdot a_d} \quad (3.3)$$

Nos dressadores desgastados, por sua vez, b_d foi medido apenas em função do a_d , conforme mostrado na Figura 3.26.

Figura 3.26 – Fotografias do (a) dressador novo e (b) desgastado após dressagem - ampliação 25x (FIOCCHI, 2010).

Quando o rebolo era recolocado na lapidoretificadora era necessário corrigir o batimento axial. Nesses casos, foi utilizado um inserto comercial Royall Diamond de aresta simples de diamante para torneamento de face do rebolo. A Figura 3.27 mostra a ferramenta e seu suporte de haste cilíndrica, especialmente projetado para se adaptar ao subconjunto mecânico de dressagem.

Figura 3.27 – Inserto diamantado Royall Diamond e porta-ferramenta adaptado.

3.4.5 Taxa de remoção de material dos corpos de prova

A quantificação da remoção de material das amostras aconteceu indiretamente pela determinação da variação mássica empregando-se uma balança analítica Shimadzu, modelo AUW-D. As peças foram pesadas após as etapas de sinterização (massa inicial) e usinagem (massa final).

A taxa de remoção foi determinada pelo coeficiente angular da equação da reta obtida pela interpolação dos valores das massas em função dos intervalos de uma e duas horas de lapidorretificação.

3.4.6 Caracterização cerâmica pós-usinagem

Pós-usinagem, todas as amostras foram submetidas às análises de: (1) perfilometria segundo os parâmetros de rugosidade da norma ISO 4287 e parâmetros de superfície de acordo com a ISO 25178, (2) MEV/FEG, (3) microscopia confocal, (4) epí-fluorescência, (5) espectroscopia Raman e (6) DRX para comparação da porcentagem das fases constituintes.

3.4.6.1 Perfilometria

Perfilometria de contato e sem contato foram empregadas. As amostras não sinterizadas foram analisadas apenas pela técnica sem contato para não danificá-las. As amostras sinterizadas, por sua vez, foram submetidas às duas técnicas.

A avaliação da rugosidade durante os ensaios de lapidorretificação U_d fez uso do perfilômetro de contato, pois este se encontrava próximo à máquina-ferramenta, dentro do complexo do LATUS. Ao final dos ensaios, todas as amostras foram caracterizadas por ambas as técnicas.

O perfilômetro de contato em questão foi da marca Taylor Hobson, modelo Form Talysurf Intra i60, com raio de ponta do apalpador de 2 μm e programa computacional Taylor Hobson μltra .

A análise superficial sem contato ocorreu no microscópio confocal da marca Leica, modelo DCM 3D, operado pelo programa Leica Scan.

As análises superficiais, em ambas as técnicas, utilizaram o programa Talymap Gold adquirido junto com o perfilômetro Talysurf Intra i60.

Os parâmetros adotados foram *cutoff* e comprimento da amostra de rugosidade (l_r) de 0,025 mm, comprimento de amostragem (L_c) de 1,25 mm e filtro do tipo Gausiano, para separar rugosidade, ondulação e erro de forma das amostras lapidorretificadas. Os mesmos parâmetros para as amostras apenas sinterizadas e *cutoff* de 0,25 mm para as compactadas.

Todas as superfícies foram medidas três vezes e, então, calculado o valor médio e o desvio padrão da rugosidade.

O desvio de planeza foi calculado pela varredura superficial dos corpos de prova no Talysurf Intra.

O Apêndice B apresenta uma descrição detalhada das superfícies das amostras cerâmicas findados os sessenta minutos de lapidorretificação U_d .

3.4.6.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

O equipamento da marca FEI e modelo Inspect F50, equipado com fonte de elétron denominada *Field Emission Gun (FEG)*, foi selecionado para a microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG). As principais configuração foram tensão de aceleração de elétrons de 10 kV, distância de trabalho entre 6,7 e 10,3 mm e detecção de elétrons secundários (*SE* do inglês). Abaixo das microscopias há uma legenda contendo as principais informações das condições utilizadas, a saber, da esquerda para a direita, data e horário, tempo de varredura, largura do campo de visão (imagem), distância do plano de trabalho, modo de detecção e escala.

O cálculo da ampliação da imagem pode ser obtido pela razão da largura do campo de visão aferido externamente e o valor deste indicado na figura, ambos na mesma unidade de comprimento. Em razão da ampliação variar em função do tamanho de imagem, optou-se por mostrar apenas a largura do campo de visão (5, 50 e 300 μm) e a barra da escala (1, 5 e 50 μm).

3.4.6.3 Microdureza Vickers

O microdurômetro Mitutoyo, modelo HM-200, com indentador de diamante piramidal foi empregado com 1 kg de carga, durante 10 s com tempos de carregamento e descarregamento iguais e de 4 s. Realizou-se 10 indentações afastadas entre si de, pelo menos, duas vezes a dimensão da maior diagonal da indentação mais próxima, para cálculo da média aritmética e desvio padrão da microdureza.

3.4.6.4 Espectroscopia Raman

As medidas de espectro Raman foram realizadas no microscópio confocal Raman, modelo Alpha 300 A/R (Witec, Alemanha), com laser de excitação de He-Ne (632 nm) e medidor de espectro (câmara CCD) UHTS 300.

Foram amostrados distintos pontos de cada amostra focalizando o feixe, com diâmetro aproximado de 1 micrometro, exatamente na superfície, com um tempo de integração de 3 s e tomada a média de 10 integrações.

Nenhuma mudança foi observada na intensidade relativa das bandas resultantes de diferentes formas polimórficas, para a potência do laser, e poucos minutos de tempo de acumulação, confirmando, assim, que o aquecimento da amostra não perturbou a composição da fase para as condições de medição selecionadas.

Os dados foram adquiridos pelo microcomputador do sistema amparado pelo programa computacional Witec Control. Os resultados foram normalizados e dispostos em gráficos.

A quantificação percentual em volume da fase cristalográfica monoclinica foi realizada com base nos modelos descritos no trabalho de Tabares e Anglada (2010).

3.4.6.5 Difração de Raios x

A difração de raios x (DRX) foi estudada no difratômetro modelo X'Pert Pro MRD (PANalytical, Holanda) de radiação $\text{CoK}\alpha$ (1,78 Å, 40 kV e 40 mA), em modo contínuo de varredura, com resolução angular de 0,02°, velocidade angular de $6,667 \times 10^{-3}$ °/s e intervalo de 20° a 65°. Os valores foram normalizados e dispostos em gráficos.

A quantificação percentual em volume da fase cristalográfica monoclinica foi realizada com base nos modelos descritos nos trabalhos de Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a e b) e Sato *et al.* (2008).

3.4.6.6 Epi-Fluorescência

A Microscopia de epi-fluorescência foi realizada no microscópio Nikon, modelo Eclipse TS100, com o programa NIS Elements F. A visualização dos pós de zircônia tetragonal e monoclinica, exatamente como fornecido pela Tosoh, empregaram lentes

oculares e objetiva de 10x. Para as peças sinterizadas (ensaios 1 a 9) objetiva de 4x e oculares de 10x.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados desta pesquisa foram divididos em 4 itens principais e não são apresentados na sequência cronológica de execução. A divisão em itens e subitens objetiva melhorar a organização dos resultados, favorecendo sua compreensão e discussão. São eles (4.1) projeto evolutivo da lapidorretificadora para usinagem de cerâmica avançada, (4.2) fabricação das amostras de TZ-3Y-E, (4.3) processo de lapidorretificação U_d e (4.4) caracterização das amostras.

4.1 Projeto evolutivo da lapidorretificadora

De acordo com Kerala (2002) a atualização da máquina-ferramenta, visando a lapidorretificação cerâmica, no âmbito da ciência da Metodologia de Projeto (Design Methodology), pode ser definida como um Projeto Evolutivo, uma vez que são mantidos os princípios de soluções conhecidos e estabelecidos bem como partes da versão anterior, adaptando a forma como são aplicados as novas exigências ou requisitos de projeto que culminam em um novo projeto/equipamento. O autor também afirma que no projeto evolutivo podem ser necessários projetos originais dos conjuntos ou componentes individuais, sendo enfatizados os aspectos geométricos (resistência, rigidez etc.), produtivos e de materiais.

Neste contexto, os itens a seguir descrevem as ações executadas na (item 4.2.1) fixação da peça à máquina e (item 4.2.1.1) cabeçote, (item 4.2.2) acionamento do porta-peça e (4.2.3) sistema elétrico e eletrônico de comando.

4.1.1 Técnica de fixação da peça

A colagem do corpo de prova ao disco de vidro se mostrou muito eficiente, prática, apresentou boa resistência aos fluidos de corte e esforços de usinagem e fácil descontaminação (vidro e cerâmica) pela imersão ou fricção das superfícies com acetona ou álcool etílico, sendo a primeira mais eficiente.

A sucção do vidro pela placa de vácuo funcionou como planejado. Segundo o vacuômetro, a diferença de pressão foi inferior a 80 kPa. Mesmo com vazão relativamente baixa (2,52 l/min ou 0,151 m³/h) a diferença de pressão promoveu uma força de fixação superior a 7759 N, garantindo rígida retenção. A Figura 4.1 mostra duas fotografias em perspectiva da placa de vácuo.

Figura 4.1 – Fotografias da placa ranhurada para fixação à vácuo. (a) perspectiva superior e (b) inferior.

A descontaminação das superfícies da placa ranhurada e do vidro foi primordial entre os experimentos. Quando as interfaces continham partículas abrasivas do processo, dois problemas foram notados. Leve queda do vácuo (para ~66,7 kPa), que não comprometeu a fixação, mas permitiu a sucção de fluido e resíduos da usinagem. A presença de partículas abrasivas riscou o disco de vidro, principalmente, durante sua retirada do cabeçote. Isso ocorreu porque durante sua montagem e desmontagem o vidro tinha que ser deslizado na placa, conseqüentemente, foi necessário substituir o vidro duas vezes para não deixar que fluido de corte fosse aspirado através dos riscos e estragasse a bomba de vácuo.

A aspiração desses resíduos contaminou o óleo da bomba de vácuo, que foi substituído duas vezes durante os trabalhos. Quando o ar era retirado do sistema, a pressão inferior à atmosférica vaporizava os líquidos, condensando-os no óleo da bomba de vácuo. Para remover eventuais partículas que percorressem a mangueira do sistema em direção a bomba de vácuo foi inserido um vaso de separação (Figura 4.2), entretanto, este não evitou que os fluidos continuassem a se vaporizar. Entendeu-se que a irregularidade estaria bem controlada com a substituição preventiva programada do óleo da bomba.

Figura 4.2 – Vaso de separação de precipitado sólido na linha de vácuo.

Outras técnicas de geração de vácuo também podem ser utilizadas como, por exemplo, tubo de Venturi com fluxo de ar comprimido ou água. Este, entretanto, necessita de maior área para alojar o reservatório de fluido que trabalha em sistema de recirculação, mas, por outro lado, possibilita alta vazão de descarga de ar, 20 a 200 m³/h, com pressões superiores a -90 kPa e a contaminação do fluido hidráulico não compromete significativamente a vida do sistema tal como na bomba de vácuo. Esta é a principal técnica de vácuo empregada na usinagem de *wafers* cerâmicos segundo a empresa Disco (2013a; 2013b; 2013c; 2013d; 2013e; 2013f). Aquele, embora de menor custo, é limitado pela pressão do ar comprimido de alimentação e gera mais ruído na expansão do gás.

Também se faz necessário tecer alguns comentários sobre a influência da quantidade de peças que são coladas a placa de vidro, a espessura da(s) peça(s), localização e colagem na placa de vidro.

Comparando a colagem de uma única peça no centro do disco com a colagem de três peças o mais afastadas possível do centro do disco e a 120° entre si, a segunda técnica oferece maior estabilidade dinâmica, maior taxa de remoção de material e menor desvio de planeza, entretanto pior rugosidade. A maior taxa de remoção de material se deve pela maior área ativa do rebolo e maiores comprimentos de usinagem. Além disso, o nivelamento ou alinhamento das superfícies das três peças é melhor, já que elas tendem a formar um único plano minimizando o efeito de variação de espessura em uma mesma peça e entre elas. A Figura 4.3 resume e compara o que foi discutido.

Figura 4.3 – Comparação entre quantidade e localização das peças cerâmicas coladas no vidro.

Como um dos objetivos desta pesquisa era encontrar a menor rugosidade, optou-se pela colagem da peça no centro do disco mesmo que em algumas condições o desvio de planeza fosse prejudicado pela espessura irregular das peças.

4.1.1.1 Cabeçote da lapidorretificadora

O projeto evolutivo do cabeçote foi necessário para se usar uma placa de fixação a vácuo autocompensadora. Segundo Fiocchi (2010) a compensação angular do porta peça no primeiro protótipo era feita pelo desalinhamento do eixo do cabeçote. Essa configuração gerava uma força resultante de restituição, que associada a irregularidade de rotação, favoreceu a convexidade das superfícies usinadas.

Na versão proposta neste trabalho, a compensação angular foi reposicionada próxima a superfície de usinagem tornando o sistema mais estável, rígido e menos susceptível as forças de corte pelo menor braço de alavanca. O eixo escalonado foi rigidamente conectado ao resto da estrutura pela adoção de dois rolamentos de rolos cônicos, montados em X e pré-carregados.

As Figuras 4.4, 4.5 e 4.6 mostram as fotografias em perspectiva explodida das peças, do corpo principal do cabeçote e sua sequência de montagem, respectivamente.

Figura 4.4 – Vista em perspectiva explodida das peças do cabeçote.

Figura 4.5 – Corpo do cabeçote de aço ABNT 1045 mostrado em duas perspectivas.

Figura 4.6 – Sequência de montagem do novo cabeçote.

Durante os ensaios preliminares os parafusos da cruzeta se soltaram e o cabeçote teve que ser desmontado para manutenção. Para facilitar o ajuste foram fresados dois acessos aos parafusos do anel intermediário da cruzeta, letra L da Figura 3.8, permitindo, assim, o reaperto futuro dos parafusos sem a necessidade de desmontar todo o cabeçote. Os parafusos foram limpos e montados com trava química de baixo torque e não houve mais afrouxamento dos mesmos.

A fotografia da Figura 4.7 representa a união do cabeçote à lapidorrretificadora.

Figura 4.7 – Montagem final do cabeçote.

Com o novo cabeçote a lapidorretificadora ficou mais versátil, possibilitando o uso de diferentes técnicas de fixação (fixação indireta ou direta), distintos projetos/desenhos de placas ranhurada e com compensação angular mais eficiente.

4.1.2 Acionamento do porta-peça

A substituição do eixo flexível por um servomotor garantiu velocidade angular constante de usinagem ao porta-peça.

O acoplamento elástico foi fundamental para sobrepujar o leve e tolerável desalinhamento entre os eixos do servomotor e do cabeçote.

Optou-se por manter a rotação de usinagem constante cabendo ao programa de controle da lapidorretificadora enviar informações para o *servo drive* energizar e mover o servomotor com as configurações previamente estabelecidas no próprio *servo drive*.

Essas configurações foram inseridas via programação facilitada em ambiente Windows[®] no programa ASDA V.5.01 que acompanha o servo controle.

No futuro, pretende-se integrar completamente o programa de controle da lapidorretificadora, feito em Linux, com o servo controlador a fim de permitir total governo da rotação (velocidade e aceleração) por meio de um único programa computacional.

Com isso será possível mudar a relação de rotação (N_L) durante a usinagem e estudar a influência de diferentes trajetórias cicloidais na lapidorretificação.

Foi alcançada boa conectividade entre o painel elétrico do servomotor com o painel elétrico principal por meio de cabos de controle e potência blindados.

A chave principal de energização foi colocada no próprio painel elétrico do servomotor juntamente com um botão de parada de emergência. O controle do servo driver, entretanto, foi feito remotamente conectando-o a placa de relês do painel principal. O projeto elétrico foi a favor de condições seguras de operação, garantindo, logo, parada total do motor em caso de queda de energia, falha de comunicação com o programa de controle ou acionamento dos botões de emergência dos painéis articulado ou do próprio servomotor.

Foram detectados apenas duas não conformidades, mas que não atrapalharam a pesquisa.

Uma delas aconteceu quando o servomotor estava energizado, não importando se parado ou em rotação. A qualidade da imagem do monitor de LCD era levemente comprometida por linhas horizontais de interferência.

O problema pode ser creditado à proximidade do cabo de vídeo ao cabo elétrico de potência do painel do servomotor. A emissão eletromagnética induziu uma pequena distorção de imagem no monitor.

A outra não conformidade diz respeito a pequena rotação demonstrada pelo servomotor quando este era energizado mas não recebia o comando de rotação. Até que fosse comandado, o motor apresentava um ruído agudo audível e mostrava movimento a 1,5 rpm. Parâmetros incorretos de controle do servo drive foram identificados como causa da rotação prematura. Como nenhuma intervenção no porta-peça ou qualquer subconjunto ligado ao servomotor era necessária entre a energização e o sinal de rotação, que levava poucos segundos, optou-se por manter esta situação no intuito de alertar o operador que o servomotor estava energizado e pronto para operar.

As fotografias da Figura 4.8 exibem a montagem do painel elétrico do servomotor.

Figura 4.8 – Etapas da montagem do painel elétrico do servomotor.

4.1.3 Sistema elétrico-eletrônico de comando

Os motores de passo, os *step motor drives* de comando da Applied Motion Products e as fontes toroidais da Kalatec funcionaram a contento, produzindo movimentos suaves, boa aceleração, baixo aquecimento dos motores e das fontes e sem ressonância dos eixos da lapidorretificadora.

A Figura 4.9 mostra a disposição dos elementos (a) no painel anterior e (b) atuais no painel elétrico principal da lapidorretificadora.

Figura 4.9 – Painel elétrico da lapidorretificadora: (a) painel anterior (FIOCCHI, 2010) e (b) atualizado.

Devido a elevada massa (~45 kg) dos subconjuntos atrelados a travessa transversal e os pequenos deslocamentos dos eixos, o maior torque inicial dos motores de passo, instalados na configuração bipolar em série, foi fundamental para a precisão dos movimentos.

A exatidão ou precisão dos eixos X, Y e Z foram verificadas com o auxílio de um relógio comparador. Os valores foram melhores que 0,01 mm. Uma das vantagens da lapidorretificação U_d é a obtenção de acabamentos nanométricos empregando uma máquina-ferramenta com exatidão de posicionamento dos eixos lineares na faixa dos centésimos de milímetros, estrutura soldada de aço carbono e usinada com máquinas ferramentas convencionais.

Segundo Lee *et al.* (2006), que classificam a exatidão alcançável de usinagem, os processos de ultraprecisão de remoção de material possuem, em geral, exatidão de movimentação dezenas de vezes melhores que a exatidão de usinagem. A lapidorretificação U_d , todavia, é um exemplo de tecnologia que alcança nanodimensões com exatidão centesimal de posicionamento, o que a torna muito mais barata, simples, confiável e de menor dependência tecnológica para a usinagem de superfícies planas.

O programa de controle foi atualizado para a versão LinuxCNC, mais estável e apta a comandar servomotores visando futuramente integrar todos os sistemas.

Durante os ensaios preliminares foi constatado que a eletroválvula 12 VDC, de uso automotivo para partida a frio, submetida a longos períodos de energização, estava trabalhando acima do tempo de operação originalmente projetado. Consequentemente, ocorreu o superaquecimento da sua bobina, com perda de eficiência e diminuição da vazão do fluido de corte. A solução foi manter o solenoide refrigerado com aspersão de água em intervalos regulares.

O projeto elétrico preliminar desta pesquisa vislumbrava a troca da caixa metálica do painel elétrico principal para acomodar os novos *step motor drives*, fontes toroidais, cabos de potência e controle. Felizmente, foi possível alojar tudo no mesmo painel, poupando o retrabalho das chapas externas de acabamento da máquina e diminuindo o custo do projeto.

Os conectores SAK facilitaram a montagem, configuração e manutenção dos elementos de comando responsáveis pela comunicação entre o PC e os subsistemas do painel. A fotografia da Figura 4.10 exhibe os conectores e a nova localização do ventilador de refrigeração que, com a porta fechada, bombeia ar nas fontes e nos drives de comando para auxiliar na refrigeração.

Figura 4.10 – Conjunto de conectores SAK dos cabos de controle da lapidorretificadora.

A Figura 4.11 revela diversas fotografias da lapidorretificadora atualizada com as principais correções identificadas e sem a proteção acrílica que evita a penetração de pó e resguarda o operador segundo a norma regulamentadora NR-12.

Figura 4.11 – Lapidorretificadora Fiocchi.

4.2 Fabricação da cerâmica TZ-3Y-E

Este item foi subdividido nos subitens (4.2.1) caracterização da matéria prima, (4.2.2) preparação da barbotina, (4.2.3) secagem da barbotina, (4.2.4) granulação, (4.2.5) conformação e (4.2.6) sinterização.

4.2.1 Caracterização da matéria prima TZ-3Y-E

A MEV-FEG do pó, tal como fornecido pela Tosoh, é mostrada na Figura 4.12. As imagens revelam a predominância de aglomerados de geometria esférica de diâmetro médio $0,06\pm 0,03$ μm e partícula de $0,08\pm 0,02$ μm .

Figura 4.12 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da zircônia Tosoh TZ-3Y-E.

4.2.2 Preparação da barbotina

Esta fase do processamento cerâmico é crítica, uma vez que tem grande potencial para introduzir contaminantes à barbotina.

Durante a agitação (desaglomeração) no moinho de bolas, materiais dos agentes de moagem e do jarro são inevitavelmente dispersados na barbotina. Esta contaminação pode comprometer as propriedades mecânicas, ópticas e elétricas (crítica nas cerâmicas eletrônicas).

Idealmente, o jarro e as esferas devem ser feitos do mesmo material submetido a moagem ou mistura. Na prática são confeccionados de materiais com elevado desempenho tribológico. A escolha por materiais de maior resistência à abrasão e à tenacidade ao impacto pode justificar a adoção de dissimilares, porém, a contaminação sempre estará presente nessas técnicas.

A escolha de um jarro polimérico de 100 ml e esferas de mesma composição da zircônia policristalina se mostrou eficiente para produção de pequenos lotes.

A geometria arredondada do interior do jarro, com cantos arredondados de raio de curvatura superior ao raio das esferas favoreceu a homogeneização da barbotina e a desaglomeração da cerâmica, evitando que material ficasse estagnado caso fosse adotado geometria interna de cantos vivos.

O projeto da tampa do jarro também é crucial na medida em que se for mal projetada pode consentir o vazamento do solvente nos longos períodos de agitação. Além disso, a folga de fechamento deve ser inferior ao tamanho de partícula almejado.

As participações do defloculante/dispersante foram fundamentais para alcançar um sistema coloidal homogêneo e estável. Durante a preparação preliminar da barbotina com diferentes tipos e quantidades de aditivos e solvente, foi verificado a complexidade da área que engloba a reologia das suspensões coloidais.

Embora não tenha sido empregado nesta pesquisa, o uso do viscosímetro é fundamental para descrever a suspensão. Ensaio envolvendo diferentes tipos e quantidades de aditivos são realizados para se produzir suspensões com máxima fluidez (baixa viscosidade) empregando-se menor quantidade de solvente, principalmente em aplicação de *tape casting*.

Para a TZ-3Y-E os aditivos e suas concentrações são bem conhecidos. O LTC utiliza o PABA na proporção de 0,5% em peso como defloculante, conforme sugerido por Kitayama e Pask (2004) e Araújo (2012), e 2,0% em peso de PVB como ligante.

Quando o defloculante foi acrescentado gradualmente em pequenas porções de 0,05% em peso diluídos no solvente, a viscosidade diminuiu mais rapidamente do que quando eles foram totalmente adicionados antes da agitação da mistura. Este fato pode ser atribuído à dispersão mais rápida dos agentes.

4.2.3 Secagem da barbotina

A técnica de secagem com agitação manual também apresentou vantagens e desvantagens. Foi ideal para preparação de pequenos lotes pela praticidade e utilização de simples corrente de ar quente e movimentação manual. Diferentemente da secagem por pulverização, possui baixa dependência tecnológica, não requer longos períodos e cuidados na preparação e limpeza do sistema.

Entretanto, devido à evaporação do solvente, a agitação deve ser feita dentro de uma capela com exaustão de gases. A secagem em atmosfera não controlada tem grande potencial de contaminar a cerâmica, por exemplo, com pó, pêlo humano, pele, talco da luva de procedimento e resquícios de outras cerâmicas manipuladas dentro da capela. O talco ou esteatita, de composição $\text{Mg}_3\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2$, pode gerar defeitos. Sugere-se, portanto, lavar bem a luva antes de utilizá-la ou usar modelos isentos de talco e, no caso das mulheres, não usar maquiagem de qualquer tipo, assim como se prescreve na indústria de cerâmicas eletrônicas.

A cuba de secagem usada foi de vidro de borossilicato (Pyrex). Este material tem dureza muito inferior a da zircônia tetragonal - 405 HV contra 1300 HV (MatWeb) - deste modo, a agitação de secagem pode promover desgaste abrasivo do vidro. A presença desse material, de baixo ponto de fusão ($\sim 821^\circ\text{C}$), nos contornos de grãos, pode deteriorar as propriedades mecânicas da zircônia.

A Figura 4.13 ilustra alguns dos aglomerados produzidos com esta técnica de secagem. Os de maior massa, de dimensões próximas a 2 mm, não aderiram à fita adesiva de carbono usada para MEV-FEG e, conseqüentemente, não possuem microscopias.

Figura 4.13 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da zircônia Tosoh TZ-3Y-E aglomerada após secagem e antes de desaglomerados.

4.2.4 Granulação

A homogeneização promovida pela granulação tem o objetivo de facilitar o fluxo cerâmico durante sua conformação.

Após a secagem, o material ficou grosseiramente granulado em aglomerados aproximadamente esféricos de até 2 mm de diâmetro médio equivalente.

A primeira fragmentação foi realizada manualmente em uma cuba e pistilo cerâmicos enquanto o pó ainda úmido ofereceu boa ductilidade. A ação mecânica quebrou os aglomerados e beneficiou a granulação/seleção final na peneira de malha de aço #80 (180 µm).

A granulação foi realizada com extrema cautela para não expandir a malha da peneira cujo alargamento da malha implicaria na passagem de aglomerados maiores.

O processo foi extremamente moroso e exigiu que o pó fosse constantemente retrabalhado no pistilo.

Nesta técnica vale também os cuidados apontados quanto à contaminação externa e por desgaste abrasivo dos instrumentos.

Aspectos geométricos e dimensionais dos grânulos (aglomerados fracionados) são mostrados na Figura 4.14.

Foram produzidos grânulos poligonais relativamente equiaxiais, amplo espectro de distribuição, mas com dimensão máxima menor ou igual a abertura de 180 μm da malha da peneira.

Figura 4.14 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da TZ-3Y-E granulada em malha #80 (180 μm).

4.2.5 Conformação

Durante a preparação do teste piloto da prensagem uniaxial definiu-se que o molde fosse lubrificado a cada cinco ciclos de prensagem com ácido oleico visando evitar o engripamento dos pistões, diminuir o atrito e impedir também a delaminação da peça na sua ejeção do molde.

Embora existam prensas isostáticas com capacidades superiores a 200 MPa, elas não são amplamente usadas pela indústria, ficando restritas ao uso acadêmico ou aplicações específicas. Por esse motivo adotou-se aquela pressão.

A Figura 4.15 apresenta microscopias eletrônicas de varredura do compactado em diferentes ampliações, identificadas sequencialmente de (a) a (d) da menor para maior.

Observam-se na Figura 4.15-a formações de novos aglomerados de dimensões superiores as dos aglomerados antes da prensagem (Figura 4.14). Também é possível ver a porosidade interaglomerado (não se usa o termo intergranular, pois não houve sinterização) residual similar a descrita por German (1987) (Figura 2.21). As Figuras 4.15-b e c mostram que uma parcela de material de baixa densidade fica aderida a superfície da peça. Por último, a Figura 4.15-d ilustram as partículas submicrométricas de zircônia.

Figura 4.15 – Microscopia eletrônica de varredura (MEV-FEG) da TZ-3Y-E conformada a 200 Mpa em diferentes ampliações.

As consequências da falta de cuidado com a limpeza do molde nos exercícios preliminares de conformação podem ser vistas nas microscopias da Figura 4.16, que

exemplificam o resultado da presença de corpos estranhos na superfície do compactado que, após a sinterização, incitaram (a) trincas e (b) canais superficiais.

Figura 4.16 – Peça de TZ-3Y-E sinterizada e lapidorrretificada ainda com heterogeneidade superficial oriunda de contaminação durante etapa de conformação.

A limpeza e a lubrificação manual do molde utilizaram papel toalha e algodão embebido em ácido oleico, respectivamente. Mesmo com relativa pequena temperatura de degradação, esses materiais orgânicos podem ficar aderidos à peça, ocasionando a formação de macroporosidade (Figura 4.16-b). Porém, outros materiais exógenos podem alterar as propriedades localmente gerando danos mais sérios (Figura 4.16-a). Esses problemas são mais evidentes na produção de pequenos lotes e podem ser minimizados com a automação do processo e ambiente controlado.

A lubrificação do molde favoreceu a adesão de material no compactado. A observação macroscópica a olho nu da região indicada na Figura 4.16-a mostrou a presença de coloração escura (contaminação) tanto na peça verde como na sinterizada, mas nesta última também foi possível ver a trinca. A sinterização fez com que trincas se formassem na vizinhança da aberração. Embora a Figura 4.16-a mostre as trincas, não foi possível distinguir a mancha escura, que se encontra demarcada pelo círculo tracejado de cor branca.

Em aplicações onde a camada mais externa da peça será removida, por exemplo, por usinagem, o problema pode ser controlado desde que o defeito não seja maior que a camada extraída. No caso de corpos delgados processados por métodos de baixa remoção de material, entretanto, a contaminação pode perdurar e comprometer o desempenho e o acabamento, conforme exemplificado nas Figuras 4.16.

Figura 4.17 – Peça de TZ-3Y-E sinterizada com impressão da rugosidade do molde adquirida na prensagem uniaxial.

O acabamento do molde tem forte influência no acabamento do compactado e, portanto, na peça sinterizada. A Figura 4.17 mostra a reprodução da rugosidade do molde na peça. Nota-se que o acabamento do moldado foi inferior ao do molde. Mesmo após a prensagem isostática a impressão permaneceu. A distribuição homogênea da pressão sobre o molde elastomérico apenas promoveu o aumento da compactação sem, contudo, alterar os desvios de forma, dimensão ou rugosidade.

4.2.6 Sinterização

Diferentes microestruturas são mostradas na Figura 4.18 em resposta as distintas temperaturas de sinterização.

A Figura 4.18 ilustra o fenômeno do crescimento de grão com o aumento da temperatura de sinterização. A elevação da temperatura fez com que grãos menores fossem absorvidos por grãos maiores. A Tabela 4.1 apresenta a média aritmética e o desvio padrão do tamanho de grão em resposta as temperaturas de sinterização e a Figura 4.19 representa graficamente o fenômeno.

Figura 4.18 – Microscopia eletrônica de varredura das superfícies das amostras sinterizadas a (a) 1350, (b) 1400, (c) 1420 e (d) 1450 °C para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.

Tabela 4.1 – Tamanho médio de grãos da TZ-3Y-E em diferentes temperaturas de sinterização.

Temperatura de sinterização (°C)	Média aritmética (µm)	Desvio padrão (µm)
1350	0,29	0,08
1400	0,35	0,07
1420	0,45	0,08
1450	0,51	0,12

Figura 4.19 – Microscopia eletrônica de varredura das amostras sinterizadas a (a) 1350, (b) 1400, (c) 1420 e (d) 1450 °C para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.

Os gráficos das Figuras 4.20 e 4.21 apresentam a porosidade aparente aberta (%) e a densidade (g/cm^3), respectivamente, em função das quatro temperaturas de sinterização avaliadas. Verificou-se que a 1400 °C foi alcançada menor porosidade aparente e densidade.

Segundo Marcomini e Souza (2011) a técnica de Arquimedes permite quantificar somente a porosidade aberta, enquanto a análise da imagem (micrografias) da seção transversal quantifica também os poros fechados. Acredita-se que a 1400 °C poros formados no interior das amostras justifiquem a menor densidade.

Figura 4.20 – Porosidade aparente aberta em função da temperatura de sinterização da TZ-3Y-E para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.

Figura 4.21 – Densidade aparente em função da temperatura de sinterização da TZ-3Y-E para 6 horas de aquecimento, 2 horas de patamar e 6 horas de resfriamento.

No âmbito do acabamento, principalmente visando à usinagem de ultraprecisão, os poros comprometem a rugosidade e devem, conseqüentemente, ser evitados ou, pelo menos, minimizados. Por essa razão, ao induzir a menor porcentagem de poros abertos (0,00154%), adotou-se a temperatura de 1400 °C para a sinterização dos corpos de prova desta pesquisa.

A 1400 °C a densidade foi 0,84% menor que a alcançada pelo fabricante Tosoh segundo a Tabela 3.2.

4.3 Processo de Lapidorretificação U_d

Neste item são apresentados os resultados do estudo da lapidorretificação U_d .

Os estudos iniciaram com a análise da influência de alguns dos parâmetros do processo no acabamento da zircônia, tais como o a_d , P , fluido de corte e técnica de aplicação e considerações sobre abrasão dois e três corpos.

Em seguida, foram discutidas as micrografias dos rebolos recém dressados e depreciados pela usinagem.

As influências da granulometria dos rebolos e do U_d são analisadas com base nos resultados daqueles parâmetros que promoveram as menores rugosidades.

Potências elétricas de dressagem e lapidorretificação U_d , taxas de remoção e diversos ensaios de caracterização das peças cerâmicas fecham os resultados e discussão.

4.3.1 Determinação dos parâmetros de Lapidorretificação U_d

São apresentadas as influências dos principais parâmetros no processo abrasivo de lapidorretificação U_d , como a profundidade de dressagem (a_d), pressão de lapidorretificação (P), fluido de corte e técnica de aplicação, granulometria do rebolo, grau de recobrimento (U_d) e abrasão dois e três corpos.

4.3.1.1 Profundidade de dressagem

A Figura 4.22 apresenta o comportamento da rugosidade média aritmética (R_a) em função do tempo em resposta aos diferentes valores de profundidade de dressagem testados.

Figura 4.22 – Rugosidade R_a em função do tempo sob diferentes valores de profundidade de dressagem (a_d), rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e emulsão aplicada com MQF.

Os melhores e mais estáveis resultados foram obtidos com $a_d = 0,1$ mm.

A rugosidade da peça oscilou bastante com 0,2 mm de a_d , possivelmente devido à fragilização induzida no rebolo pela dressagem, liberando aglomerados abrasivos durante os primeiros trinta minutos de usinagem. Aos quinze e vinte e cinco minutos a rugosidade alcançou os menores valores, entretanto, a alternância da abrasão dois e três corpos pode ter sido responsável pela amplitude dos valores de rugosidade. Na usinagem de ultraprecisão condições estáveis são necessárias.

O a_d que ofereceu os melhores resultados nesta pesquisa foi, coincidentemente, igual ao relatado por Fiocchi (2010) na lapidorretificação U_d de aço inoxidável ABNT 420

temperado e revenido. Entende-se que as condições de dressagem foram favoráveis na medida em que conciliaram macro e microefeitos causando menores danos estruturais ao ligante epóxi e aos abrasivos.

Padronizou-se, então, o $a_d = 0,1$ mm para os ensaios subsequentes.

4.3.1.2 Pressão de Lapidorretificação U_d

A influência da pressão da lapidorretificação U_d (P) na rugosidade Ra é mostrada na Figura 4.23.

Figura 4.23 – Rugosidade Ra em função do tempo sob diferentes valores de pressão de lapidorretificação U_d (P), rebolo de SiC #800, $U_d = 3$ e emulsão aplicada com MQF.

A curva mais comportada e com valores decrescentes de rugosidade foi obtida com a pressão de 100 kPa. As pressões de 150 e 200 kPa produziram resultados similares. Até trinta minutos de usinagem, a maior pressão estudada, 250 kPa, gerou os piores acabamentos, porém, houve melhora nos dez minutos subsequentes e estabilização da rugosidade até o final do ensaio.

Ainda que as rugosidades sejam próximas nos vinte minutos finais para as pressões de 100 e 250 kPa, preferiu-se adotar a menor pressão, pois entendeu-se que ela tem menor chance de introduzir defeitos na peça pela menor pressão específica de corte, muito embora a outra resulte em maior remoção de material. Somam-se a isso os piores resultados encontrados durante os primeiros trinta minutos de usinagem usando 250 kPa.

Portanto, $P = 100$ kPa e $a_d = 0,1$ mm permaneceram constantes nos ensaios subsequentes.

4.3.1.3 Fluido de corte e técnica de aplicação

Aplicando-se a emulsão por MQF, os ensaios preliminares mostraram que vazões inferiores a $2,78 \times 10^{-7}$ m³/s mantiveram o rebolo seco durante a lapidorretificação U_d , porém a remoção de material foi maior. O aumento da vazão diminuiu consideravelmente a taxa de remoção, que ficou restrita a região de primeiro contato da peça com o rebolo em razão do empenamento das peças cerâmicas. Nas superfícies côncavas a remoção localizou-se em uma pequena faixa anelar próxima à borda e, nas convexas, na área central da peça.

No início dos ensaios foram coladas tiras de borracha nos bocais de aspiração para melhorar a ação de sucção e proteger os bocais da abrasividade do rebolo, o que de fato aconteceu. Porém, o óleo semissintético, constituinte do fluido de corte, reagiu com a borracha dissolvendo-a e impregnando-a sobre a faixa útil do rebolo.

A presença de borracha diminuiu a remoção, denegriu a rugosidade e aumentou a desvio dos valores de rugosidade. O maior desvio padrão dos valores de rugosidade sugere alternância entre os modos de abrasão induzido pela borracha sobre o rebolo e aumento da profundidade efetiva de corte. Nos ensaios subsequentes, assim sendo, as abas de borracha foram descartadas.

Outro achado revelador quanto ao estado de limpeza da peça após o processo, em oposição ao relatado por Fiocchi (2010), diz respeito à aparência mais limpa utilizando-se o óleo. A emulsão e a água geraram manchas cinza esparsas, principalmente nas áreas que ainda não haviam sido usinadas. Uma justificativa pode ser a ação mais eficaz dos agentes de limpeza presentes em maior fração no óleo sobre a zicônia. Visualmente, a olho nu, essas manchas foram facilmente removidas esfregando-se papel umedecido com álcool etílico, *thinner*, querosene, sabão e até mesmo água.

A vazão e a viscosidade do fluido tiveram influência direta na rugosidade, desvio de planeza e remoção de material. O contato total da peça com o rebolo que acontece, por exemplo, na lapidorretificação e na lapidação, gera uma pressão de usinagem praticamente constante que pode induzir um regime fluido dinâmico estável que altera a espessura da interface peça-rebolo, tal qual ocorre nos mancais hidrodinâmicos e, conseqüentemente, modifica a profundidade efetiva de corte.

A contribuição da técnica de aplicação e tipo de fluido de corte na rugosidade Ra é ilustrada na Figura 4.24.

Figura 4.24 – Rugosidade Ra em função do tempo sob diferentes técnicas de aplicação e fluidos de corte na lapidoretificação U_d , rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e $a_d = 0,1$ mm.

Dentre os tipos e técnicas de aplicação, o conjunto que ofereceu os melhores resultados foi a aplicação por MQF de emulsão.

A resposta das rugosidades nos vinte primeiros minutos foi similar, a exceção da água aplicada com MQF. No intervalo posterior houve clara distinção do acabamento frente o uso de óleo, água e emulsão.

Sobre aplicação de água de forma abundante e MQF, pode ser inferido que, na primeira, o rebolo ficou com menos partículas soltas sobre a superfície e a profundidade de corte efetiva foi reduzida, originando melhor acabamento. A maior vazão de água facilitou o arraste das partículas soltas através dos bocais de limpeza.

Por outro lado, a maior viscosidade do óleo manteve o rebolo sujo, ofertando mais abrasivos soltos, mas com menor profundidade efetiva, justificando os melhores resultados frente a água aplicada com a mesma técnica de pulverização.

Analisando as propriedades da zircônia (elevado ponto de fusão e grande resistência química), as velocidades de corte inferiores a 2 m/s e o desconhecimento das temperaturas desenvolvidas no processo, fica difícil inferir sobre a influência da maior ação refrigerante da

água em relação a emulsão e desta em relação ao óleo. Porém, fica claro que o fluido deve ter propriedades refrigerantes e lubrificantes. Verificou-se também que a emulsão produziu pequeno desvio padrão dos valores de rugosidade.

Ainda sobre fluxo de calor no processo de lapidorretificação U_d relata-se que, independentemente do tempo de usinagem, ao interromper-se a usinagem e tocar-se a peça ou o rebolo com a ponta do dedo, a sensação térmica foi de que as partes estavam mais frias do que o corpo humano saudável, sugerindo que a temperatura estivesse abaixo dos 36,5 °C.

O monitoramento da temperatura de lapidorretificação não é de forma alguma tarefa trivial. Condições cinemáticas, obstrução da interface peça-rebolo, rebolos não segmentados, presença de fluido de corte e a contínua remoção de material são exemplos dos desafios a serem superados.

Quanto aos parâmetros avaliados, os melhores acabamentos foram, então, obtidos com os condições de $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa e emulsão via MQF.

4.3.1.4 Abrasão dois e três corpos na lapidorretificação U_d

Outro aspecto que mereceu atenção especial, pois afetou significativamente o desempenho do processo de lapidorretificação U_d , diz respeito a técnica e método de limpeza do rebolo em processo contínuo.

Durante a retificação existe o arranque de material da peça e do rebolo. Na retificação cilíndrica ou tangencial, nas quais os rebolos estão dispostos na vertical e há grande vazão de fluido e altas velocidades de corte (> 20 m/s), esses resíduos (*debris*) são expulsos da interface com certa facilidade.

Todavia, a retificação de face e a lapidação fazem uso de rebolos e discos de lapidação, respectivamente, dispostos na horizontal, principalmente para promover simples inserção e retirada das peças e fazer uso da aceleração da gravidade para aplicar a força de usinagem.

As elevadas velocidades podem até proporcionar boa ação de limpeza do rebolo na retificação de face devido à aceleração centrípeta do rebolo, todavia, as baixas velocidades da lapidação e lapidorretificação não favorecem a expurgação horizontal.

O uso de rebolos segmentados promove canais entre os segmentos abrasivos que auxiliam o transporte dos resíduos e do fluido de corte.

No caso da lapidorretificação U_d , segundo Fiocchi (2010) e diante dos resultados desta pesquisa, os melhores acabamentos foram obtidos com uso da técnica de MQF.

A associação de baixíssima vazão de fluido de corte, rebolos não segmentados e velocidades de corte de até 2 m/s dificultam a ação natural de limpeza do reboło.

Os resíduos do processo são constituídos na maior parte de materiais de dureza igual ou superior ao do material da peça e alteram significativamente o desempenho da lapidorretificação U_d .

Na usinagem abrasiva de ultraprecisão deve-se controlar e conhecer a forma e dimensão da ferramenta de corte. A retificação se enquadra nos processos de ferramentas de arestas de geometria não definida, pois é praticamente impossível conhecer com exatidão todas as características de cada partícula abrasiva constituinte do reboło, porém, a ferramenta tem suas macro características estatisticamente bem determinadas.

Na retificação, o reboło pode perder massa por desgaste abrasivo, fratura dos grãos, desprendimento de partículas individuais e de aglomerados abrasivos, como também por mecanismos tribo-químicos termicamente ativados. Quanto maior o diâmetro médio equivalente das partículas soltas, maior a probabilidade de abrasão três corpos que pode comprometer não só o acabamento, mas também a integridade superficial da peça.

Nas cerâmicas policristalinas, a remoção pode se dar de modo dúctil ou por fraturas inter e/ou transgranulares, sendo que a propagação de trincas é indesejável na retificação UP por diminuir as propriedades mecânicas, ópticas, acabamento, dentre outras. Na presença de fraturas o volume de remoção pode ser muitas vezes superior ao teórico devido a fragilização por trincas laterais e radiais introduzidas por etapas ou passes anteriores.

A lapidorretificação U_d faz uso da dressagem com dressador de ponta única com profundidades de dressagens, a_d , consideradas grandes. A severidade é percebida pela lama que se forma sobre o reboło durante a dressagem. Ao tocar o reboło com o dedo durante a dressagem, este fica impregnado de material particulado e da mesma cor daquele.

Para aplicações que visam maiores taxas de remoção em detrimento do acabamento, a lapidorretificação U_d pode então acontecer com o reboło sujo pelos resíduos de dressagem, contudo, para acabamentos finos é mandatória a limpeza/descontaminação antes da usinagem.

Diante dos a_d 's avaliados, 0,05, 0,10, 0,15 e 0,20 mm, dos graus de recobrimentos, U_d , 1, 3 e 5, e dos diâmetros médios dos abrasivos de #800, #600 e #300, respectivamente com tamanhos médios de 18, 25 e 53 μm , segundo a Equação 4.1 que correlaciona tamanho *mesh* com diâmetro em μm (MALKIN e GUO, 2008), subentende-se que a maior parcela dos resíduos de dressagem foi de aglomerados abrasivos de dimensões muitas vezes maiores que os das partículas abrasivas individuais.

$$d_{\text{grão}}(\mu\text{m}) = \frac{28000}{\text{mesh}^{1,1}} \quad (4.1)$$

Soma-se a isso a micro geometria dos abrasivos fixos dressados, que ofertaram novas arestas de corte agindo em menores profundidades efetivas de corte. Essa hipótese foi bem elucidada por Fiocchi (2010) ao afirmar que não há relato de outro processo abrasivo capaz de alcançar os acabamentos da lapidorretificação U_d sem que os abrasivos de SiC, e de mesmo tamanho, sejam fraturados.

Dessa forma, qualquer corpo (partícula, aglomerado, fragmentos de partículas etc.) de dimensão acima de um valor crítico que não estiver firmemente ancorado no rebolo terá maior potencial para rolar e/ou induzir trincas na peça por abrasão três corpos. A retificação de ultraprecisão que faz uso de partículas abrasivas com dimensões da ordem de grandeza das aplicadas neste trabalho, portanto, deve evitar a todo custo que resíduos de dimensões acima do valor crítico participem da usinagem.

Diante do exposto foi estabelecido um ensaio para avaliar o desempenho da lapidorretificação U_d frente o predomínio da abrasão dois e três corpos.

A tese defendida foi de que a limpeza por aspiração da superfície do rebolo remove os resíduos e melhora o acabamento. Ademais, a contribuição de abrasivos soltos de diâmetro médio equivalentes abaixo do crítico favorece o acabamento.

Na Figura 4.25 foi avaliada a rugosidade R_a em função do tempo de lapidorretificação U_d partindo de uma peça sinterizada estudada em diferentes estados de limpeza do rebolo. A região de interesse foi ampliada para diferenciar os valores de rugosidade.

Durante os primeiros sessenta minutos o rebolo não foi aspirado. Nos quarenta minutos iniciais a rugosidade diminuiu até o ponto em que a lama residual começou a depreciar o acabamento entre quarenta e sessenta minutos. Nos primeiros vinte minutos o valores decresceram abruptamente, com menor variação entre vinte e quarenta minutos, elevando-se até o final da primeira hora. Quanto maior a participação da abrasão três corpos de resíduos de dimensões acima da crítica, maior o desvio padrão da rugosidade.

De sessenta a oitenta minutos houve aspiração, favorecendo a abrasão dois corpos que melhorou em 21,6% a rugosidade e também gerou menor desvio padrão dos valores.

Aumento de 47,2% na rugosidade ocorreu durante os próximos vinte minutos de usinagem, de oitenta a cem minutos, quando o aspirador foi desligado e adicionaram-se partículas abrasivas de alumina.

Figura 4.25 – Rugosidade R_a em função do tempo avaliada (0 a 60 min) sem aspiração, (60 a 80 min) com aspiração, (80 a 100 min) sem aspiração e adição de Al_2O_3 e (100 a 120 min) com aspiração e adição de Al_2O_3 . Rebolo de SiC #800, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa e $a_d = 0,2$ mm.

Notou-se que a água destilada usada como veículo da suspensão de alumina aumentou o volume de fluido sobre o rebolo, induzindo ainda mais o acúmulo de resíduos.

Todavia, quando o rebolo voltou a ser limpo, a ação de corte das partículas fixas, aliada as diminutas partículas de alumina, proporcionalmente ao tamanho do SiC, promoveram redução de 57,15% no valor da rugosidade, sugerindo que houve redução da profundidade efetiva de corte pelo preenchimento das lacunas provindas do macroefeito de dressagem com partículas de alumina.

Comparando os dois momentos em que o aspirador atuou (60 a 80 e de 100 a 120 minutos), nota-se maior coeficiente angular da reta, que liga os valores de rugosidade, na presença de abrasivos soltos de alumina, aumentando a eficiência do processo em remoção e acabamento.

A utilização de nanofluidos de corte (*nanofluid*) aditivados com nano partículas é uma recente vertente de pesquisa que visa melhorar o acabamento em diversos processos de usinagem, por exemplo, torneamento, fresamento e retificação, além disso, os resultados também apontam para aumento da vida da ferramenta de corte. Os nano fluidos são suspensões coloidais de partículas de 1 a 100 nm de metais, óxidos, carbetos, nitretos ou nanotubos. Um nanofluido típico pode conter nanotubos de carbono (NTC), TiO_2 , Al_2O_3 , MoS_2 e diamante. A condutividade térmica do fluido pode aumentar várias centenas por cento, principalmente devido ao aumento da área superficial em relação ao volume das nanopartículas (DIXIT, SARMA e DAVIM, 2012).

Diante dos achados desta pesquisa e da literatura, foi corroborado o estado de hipótese proposto no início deste subitem.

4.3.2 Topografia dos rebolos

As Figuras 4.26 e 4.27 mostram as superfícies dos rebolos de SiC após dressagem e lapidorretificação U_d , respectivamente. As micrografias estão dispostas segundo as granulometrias e os U_d 's, respectivamente em colunas e linhas. As regiões escuras representam áreas mais profundas do rebolo. Os números indicam o ensaio, as letras o estado do rebolo, D após a dressagem e L após a lapidorretificação U_d .

As imagens dos rebolos dressados são similares às obtidas na dissertação de mestrado (FIOCCHI, 2010). O Macroefeito ficou evidente para o rebolo de #800 e para os outros rebolos na condição de $U_d=1$, ensaios 1D, 2D, 3D, 4D e 7D da Figura 4.26.

A Figura 4.27 revela que os rebolos mantiveram suas estruturas abertas, sem adesão de material do corpo de prova, em oposição ao verificado na usinagem do aço ABNT 420 (FIOCCHI, 2010). A relativa baixa ductilidade, elevada dureza e menor coeficiente de atrito da zircônia associados às condições de usinagem explicam os achados.

Discussões extras são tratadas nos ensaios que analisam as influências das granulometrias e U_d 's.

Figura 4.26 – Micrografias das diferentes superfícies dos rebolos após a operação de dressagem (D).

Figura 4.27 – Micrografias das diferentes superfícies dos rebolos após a lapidoretificação U_d (L).

4.3.3 Granulometria do rebolo e grau de recobrimento na dressagem

A discussão das influências das granulometrias e U_d 's no acabamento faz constantemente referência aos outros itens do capítulo Resultados e Discussão. Para compreensão das análises, por conseguinte, deve-se ter em mente uma visão geral dos resultados, principalmente as imagens dos rebolos novos (dressados) (Figuras 4.26) e desgastados pela lapidorretificação (Figuras 4.27), potências elétricas RMS de dressagem e lapidorretificação U_d , mecanismos de remoção de material e as imagens de MEV-FEG e microscopia confocal.

As Figuras 4.28, 4.29 e 4.30 apresentam, respectivamente, o comportamento temporal da rugosidade R_a quando os três rebolos foram dressados com U_d 's iguais a 1, 3 e 5. Nas Figuras 4.28 e 4.34 há sobreposição dos respectivos gráficos com ampliação da escala de rugosidade para facilitar a diferenciação dos valores.

Figura 4.28 – Rugosidade R_a em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

O $U_d = 1$ não afetou significativamente a rugosidade das peças com os rebolos de #800 e #600 nos primeiros trinta minutos. O rebolo de #300 gerou os menores valores de rugosidade, a exceção do rebolo de #600 aos quarenta minutos de usinagem. Ao término do período estudado, o melhor acabamento proveio da granulometria de #300, seguida por #800 e #600.

Analisando as imagens dos três rebolos novos e desgastados dressados com $U_d = 1$ e os resultados de rugosidade da Figura 4.28, observa-se similaridade dos macroefeitos nos rebolos de #800 e #600 novos e desgastados, respectivamente fotografias 1D e 2D da Figura 4.26 e 1L e 2L da Figura 4.27. Essa analogia geométrica pode justificar a proximidade dos valores das rugosidades nos primeiros trinta minutos.

Observam-se também maiores amplitude e período de oscilação da rugosidade providas da usinagem com o rebolo de #600. Ao mesmo tempo, não houve tendência de convergência ou estabilização da rugosidade no período estudado.

Por outro lado, para #800, notam-se menores amplitudes e a estabilização da rugosidade decorridos quarenta minutos. O mesmo raciocínio se aplica ao rebolo de #300 que, por outro lado, alcançou valores mais estáveis transcorridos trinta minutos.

Figura 4.29 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 3$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Para $U_d = 3$, Figura 4.29, o pior acabamento aconteceu com o rebolo de #600 e o melhor com o rebolo de #800. Nota-se pouca diferença no acabamento entre os rebolos de #300 e #800 após quarenta minutos, mas o menor tamanho de abrasivo proveu condição mais estável (menor amplitude de oscilação) e melhores acabamentos e, empregando-se #600, a rugosidade teve valor mínimo aos quarenta minutos, degradando-se no intervalo final.

Os maiores desvios padrão de rugosidades também foram verificados com o rebolo de abrasivos de tamanho intermediário (#600).

Dentre os três valores de U_d 's estudados, o maior deles foi o que provocou maior distinção dos resultados, conforme mostra a Figura 4.30. Os achados vão na contra mão do esperado, e dos resultados de Fiocchi (2010), na medida em que quanto maior o tamanho do abrasivo, menor o valor da rugosidade.

Independentemente do U_d , a rugosidade aumentou nos vinte minutos finais empregando-se o rebolo de #600 e ficou estável ou melhorou com o de #300.

Figura 4.30 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

A Figura 4.31 exprime os valores de rugosidade R_t das mesmas condições de usinagem apresentadas na Figura 4.28.

Apenas com $U_d = 1$ foi observado que o rebolo de menor partícula abrasiva gerou riscos mais profundos. Para $U_d = 3$ e 5 os comportamentos das curvas de rugosidades R_z e R_t , diferiram apenas em magnitude em relação ao da curva Ra.

A Figura 4.31 também revela que, decorridos quarenta minutos, os rebolos de #800 e #600 tendem a causar riscos mais profundos.

Para as condições de $U_d = 1$, a macrogeometria do rebolo de menor tamanho de partícula resiste mais ao processo e o rebolo de #300 perde praticamente todo o perfil de rosca da dressagem. Consequentemente, as pressões específicas de lapidoretificação foram

distintas. Já que o processo mantém a carga de usinagem constante (força de compressão), a menor área real de contato entre a peça e o rebolo de #800 pode ter causado maiores esforços localizados, justificando os riscos mais profundos. A perda da macrogeometria do rebolo de #300 também demonstra sua friabilidade, ocasionando menor profundidade efetiva.

Figura 4.31 – Rugosidade Rt em função do tempo para diferentes granulometrias, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

As Figuras 4.32, 4.33 e 4.34, mostradas a seguir, agrupam os resultados, respectivamente, em função dos rebolos de #800, #600 e #300 dressados com os três U_d 's.

As micrografias do rebolo de #800, Figuras 4.26 e 4.27, demonstram que a macro geometria da dressagem com $U_d = 5$ se esvaiu. Quando essa informação é correlacionada com a Figura 4.32 fica clara a importância do macroefeito da dressagem com dressador de ponta única.

Nos primeiros cinco minutos de lapidorrretificação, notou-se que a taxa de redução da rugosidade é praticamente igual para os U_d 's = 1 e 3, que por sua vez é muito maior que a taxa de decaimento da rugosidade para o maior U_d examinado.

Figura 4.32 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #800, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Figura 4.33 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #600, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Com base nas micrografias do rebolo de #600 e na Figura 4.33, a discussão é semelhante a do rebolo de #800. A sustentação do macroefeito no rebolo dressado com $U_d = 1$ melhorou a rugosidade.

As imagens 5D e 8D da Figura 4.26 mostram que, para os U_d 's = 3 e 5, os macroefeitos pós-dressagem foram praticamente inexistentes. Porém, durante o processo de usinagem parece que ocorreu aumento da agressividade do rebolo dressado com $U_d = 5$ e para o $U_d = 3$ o inverso, segundo ilustram as imagens 5L e 8L da Figura 4.27.

Esses resultados sugerem que mesmo não produzindo macroefeito visual, o U_d tem influência na micro topografia do rebolo, seja pela formação de novas arestas com diferentes ângulos de saída, cunha e folga, além da indução de “porosidade/cavidade” para transportar fluido de corte e os resíduos da usinagem, por exemplo.

Figura 4.34 – Rugosidade Ra em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #300, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

No rebolo de maior tamanho de SiC, a influência do U_d foi mais clara. Os três números testados geraram a mesma taxa de redução da rugosidade nos primeiros cinco minutos. A menor eficiência em termos de rugosidade foi constatada com o $U_d = 3$ e a maior com o $U_d = 5$.

Exceto em magnitude de valores, o comportamento dos gráficos de rugosidades dos parâmetros Rz e Rt, ao longo dos sessenta minutos, foram semelhantes ao do Ra para o rebolo de #800. Já os rebolos de #600 e #300, por outro lado, forneceram resultados díspares, como ilustrado nas Figuras 4.35 e 4.36, respectivamente.

Figura 4.35 – Rugosidade R_t em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #600, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Embora a resposta da rugosidade R_a do $U_d = 5$ seja boa (Figura 4.33), ocorreram riscos mais profundos, aproximando os valores R_t dos U_d 's = 3 e 5 (Figura 4.35) no final. Consequentemente, para se alcançar os menores valores dos parâmetros de rugosidade avaliados, o rebolo de #600 deve ser dressado com $U_d = 1$.

Figura 4.36 – Rugosidade R_t em função do tempo para diferentes U_d 's sobre o rebolo de #300, $a_d = 0,1$ mm, $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

No rebolo de #300 há situação semelhante dada a proximidade dos valores R_t gerados pelos U_d 's = 1 e 5.

As Figuras 4.37 e 4.38 apontam os valores R_a e R_t , respectivamente, findados os sessenta minutos de lapidorrretificação U_d para as nove condições ponderadas.

Figura 4.37 – Rugosidade R_a após 60 minutos de lapidorrretificação U_d para diferentes U_d 's e granulometrias de rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Figura 4.38 – Rugosidade R_t após 60 minutos de lapidorrretificação U_d para diferentes U_d 's e granulometrias de rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

4.3.4 Potências elétricas da lapidorretificação U_d

Na versão inicial da lapidorretificadora projetada e construída por Fiocchi (2010), o rebolo e o porta-peça compartilhavam a mesma fonte de energia, o motor principal de indução trifásico. A potência elétrica de lapidorretificação U_d correspondia ao somatório das potências para girar o eixo do rebolo e do porta-peça.

Com as alterações efetuadas neste trabalho, o porta-peça passou a receber energia mecânica do servomotor e o analisador de qualidade de energia (AQE), que monitora os parâmetros elétricos do motor de indução trifásico, consequentemente, mediu apenas a potência elétrica endereçada ao rebolo.

A potência elétrica média da lapidorretificadora para girar o rebolo a 100 rpm, sem executar dressagem ou lapidorretificação e pré-aquecida, ou seja, a potência em vazio, foi de **57,6±4,2 W**.

4.3.4.1 Potência elétrica RMS de dressagem

A atualização da lapidorretificadora permitiu desativar a rotação do porta-peça durante a dressagem, que antes ocorria invariavelmente por estar mecanicamente conectado ao motor principal. Dessa forma, a modificação também diminuiu o dispêndio energético total da máquina-ferramenta durante a operação de dressagem.

A Figura 4.39 exibe a potência elétrica RMS, em Watts, das nove condições de dressagem.

Respeitada a redução da energia consumida, era esperada certa correlação da potência de dressagem entre os resultados desta pesquisa (Figura 4.39) e os de Fiocchi (2010) (vide Figura 4.20 de FIOCCHI, 2010), aja vista foram estudadas as mesmas condições de dressagem, empregando a mesma geometria do dressador e exatamente os mesmos três rebolos.

Entretanto, a integridade dos rebolos de #800 e #600 pode ter sido comprometida pela idade das ferramentas, adquiridas no ano de 2004. Foi percebida diminuição significativa na resistência mecânica do ligante dos rebolos que passaram a soltar seus grãos mais facilmente, deteriorando suas macrogeometrias, principalmente a do rebolo de menor tamanho de abrasivo.

Figura 4.39 – Potência elétrica RMS da operação de dressagem em função do U_d e granulometria do rebolo com dressador cônico de diamante com raio de ponta de 0,5 mm, aproximadamente, e $a_d = 0,1$ mm.

4.3.4.2 Potência elétrica RMS de lapidorretificação U_d

Segundo Stähli (1998) a cinemática do processo de lapidação faz com que o anel dressador e as peças no seu interior adquiram mesmo sentido e rotação do disco de lapidação e, portanto, a relação de velocidades, N_L , será igual a 1.

A lapidorretificação U_d fez uso do mesmo N_L de modo que, durante o processo, era esperado baixa demanda energética por parte do servomotor. Mesmo assim, o dimensionamento de transmissão de torque levou em consideração futuras condições mais severas de usinagem, conforme o método descrito no item Material e Métodos. Os 2 kW do servomotor serão mais solicitados em pesquisas com N_L 's diferentes de 1.

Na lapidação os abrasivos estão livres para rolar, diminuindo os esforços de corte e facilitando a instauração da cinemática com $N_L = 1$. Na lapidorretificação U_d , todavia, os abrasivos estão firmemente aglomerados, resultando em maiores densidades de abrasivos por unidade de área e esforços.

O servomotor foi programado para manter a rotação do porta-peça constante, a 100 rpm. O monitoramento da potência elétrica do rebolo foi, portanto, suficiente para a análise comparativa das potências demandadas nas condições ensaiadas.

As potências RMS de lapidorretificação U_d são mostradas na Figura 4.40.

Figura 4.40 – Potência elétrica RMS da operação de lapidorrretificação U_d em função do U_d e granulometria do rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

A análise visual do gráfico de barras incita algumas conclusões como, por exemplo, de que quanto maior o U_d , menor a potência RMS média. Essa hipótese foi verificada pelo cálculo da média aritmética da potência elétrica RMS para cada U_d , sendo de: 176,71 W para o $U_d = 1$, 173,91 W para o $U_d = 3$ e 172,34 W para o $U_d = 5$. De acordo com os achados de Fiocchi (2010) na lapidorrretificação de aço (Figura 4.22 da dissertação), todavia, a média da potência da lapidorrretificação U_d cresce com o aumento do U_d .

A análise sugere, portanto, que, na média, U_d 's maiores tendem a desenvolver menor potência de corte na lapidorrretificação U_d de cerâmica. Corroboram com isso a oferta de macro e micro geometrias reais diferentes das teóricas, que podem alterar a quantidade ativa de abrasivos (arestas de corte) além dos ângulos de cunha (β), de saída (γ) e de folga (α), os quais, por exemplo, podem justificar a depreciação da rugosidade com aumento substancial de riscos mais profundos nos rebolos de #600 e #800 (maior valor de R_t). O modelo é ilustrado na Figura 4.41 e as informações das rugosidades em questão foram baseadas na Figura 4.38.

Tal análise não é de forma alguma tarefa trivial. A granulometria, a friabilidade do abrasivo e a “saúde” do ligante também exercem papéis fundamentais, pois, na prática, induzem macro e micro efeitos, além de danos estruturais no rebolo, extremamente difíceis de serem qualificados e quantificados.

O predomínio de uma ou outra característica pode, dessa forma, justificar a dispersão das potências representadas na Figura 4.40.

Figura 4.41 – Representação esquemática da macrogeometria teórica (linhas pontilhadas) e real dos rebolos em função do tamanho do abrasivo e do grau de recobrimento na dressagem (U_d).

Outro aspecto muito importante que dificulta a usinagem cerâmica é a sua dureza. A ductilidade dos aços faz com que a lapidorretificação U_d aprisione material da peça no rebolo, diminuindo a protrusão do abrasivo e melhorando o acabamento (FIOCCHI, 2010; FIOCCHI e SANCHEZ, 2011; FIOCCHI *et al.*, 2011). A zircônia tetragonal é considerada uma das cerâmicas avançadas de maior tenacidade à fratura e a sua lapidorretificação U_d não causa o entupimento ou carregamento do rebolo, que permanece sempre limpo, com porosidade aberta, mas desgasta-se rapidamente devido a dureza da zircônia.

4.3.5 Remoção de material

Tecnologicamente, a taxa de remoção (TR) é uma informação fundamental para qualquer processo que gere cavaco, pois influencia, dentre outros aspectos, o tempo e o custo de processamento dependendo da espessura do sobrematerial.

A Figura 4.42 representa as variações mássicas normalizadas das amostras e a Tabela 4.2 as TRs calculadas pela interpolação linear dos pontos de verificação de massa.

Figura 4.42 – Variação mássica das amostras TZ-3Y-E após 120 minutos de lapidorrretificação U_d em função do U_d e granulometria do rebolo, $a_d = 0,1$ mm, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ e emulsão via MQF.

Tabela 4.2 – Interpolação linear para determinação da taxa de remoção de material.

Peça	Equação	R^2	Taxa de remoção (10^{-6} g/min)	Rebolo (mesh)	U_d
1	massa = - 0,000001.t + 0,998303	0,998570	1	800	1
2	massa = - 0,000006.t + 1,000023	0,986898	6	600	1
3	massa = - 0,000006.t + 0,996286	0,996048	6	300	1
4	massa = - 0,000003.t + 0,999799	0,889160	3	800	3
5	massa = - 0,000002.t + 0,998620	0,976276	2	600	3
6	massa = - 0,000004.t + 0,997724	0,991572	4	300	3
7	massa = - 0,000004.t + 0,998727	0,826486	4	800	5
8	massa = - 0,000004.t + 0,998952	0,984089	4	600	5
9	massa = - 0,000019.t + 0,997564	0,982911	19	300	5

As pequenas TR mostradas na Tabela 4.2 garantem bom controle de espessura em função do tempo de usinagem.

A TR pode estar diretamente relacionada a área real de contato da peça com o rebolo. Analisando os resultados extremos de menor (1×10^{-6} g/min) e maior (19×10^{-6} g/min) TR com as micrografias dos rebolos, acredita-se que houve menor área de contato na Figura 4.26-1D (#800 e $U_d = 1$) e, na Figura 4.26-9D (#300 e $U_d = 5$), maior área.

4.4 Caracterização superficial

A seguir são discutidos os resultados de microdureza, perfilometria, microscopia eletrônica de varredura, espectroscopia Raman, difração de raios x e microscopia de epi-fluorescência.

4.4.1 Microdureza

A Microdureza da TZ-3Y-E sinterizada por 2 horas a 1400 °C foi de 1414,10±339,28 HV (71,60±5,74 HRc), 13,1% acima da dureza do corpo sinterizado especificado pela Tosoh na Tabela 3.2.

4.4.2 Perfilometria

Na prensagem uniaxial, os gradientes de densidade geraram deformações elásticas e plásticas que promoveram deformação (empenamento) da peça após a retirada do molde. Na etapa seguinte, a prensagem isostática minimizou os gradientes ao aumentar isostaticamente a pressão de compactação, porém a deformação adquirida da etapa precedente permaneceu. A comparação dos desvios de planeza entre as amostras compactadas e sinterizadas demonstraram essa distorção.

Os gradientes de densidade gerados na compactação uniaxial de simples ação somados a diferença de temperatura entre as superfícies superiores, assim denominadas por ficarem expostas a atmosfera do forno, e as superfícies inferiores, as quais foram apoiadas sobre a base do forno, influenciaram o desvio de planeza de todas as amostras.

As amostras foram dispostas em uma única camada na base do forno, parte delas com a superfície côncava para cima. Notou-se que a distorção foi acentuada nestas amostras. Por outro lado, quando as superfícies convexas ficam voltadas para cima (maior temperatura), o resultado foi melhor, sugerindo que a correção de forma se deu pela maior contração de sinterização da superfície sujeitada a maior temperatura. Percebeu-se também forte influência da aceleração da gravidade como causa da deformação de corpos cerâmicos delgados apoiados em superfícies irregulares.

O desvio de planeza dos discos de zircônia sinterizados foi avaliado em uma área de 15x15 mm, aproximadamente. As regiões de maior compactação que foram submetidas a

maior temperatura de sinterização tiveram as maiores contrações volumétricas, produzindo superfícies côncavas com desvio de planeza de 30 μm , aproximadamente. Consequentemente, no lado oposto, superfícies convexas foram induzidas. A Figura 4.43 ilustra a distorção da peça cerâmica e sua posição esquemática no interior do forno.

Figura 4.43 – Perfilometria de contato da peça após sinterização. Face convexa de peça apoiada no fundo do forno e face côncava exposta a maior temperatura de sinterização.

No universo da produção *near net shape* na manufatura cerâmica de ultraprecisão, deve-se levar em conta o tipo de prensagem e suas respectivas associações, a inclusão do processo de usinagem cerâmica a verde para dar forma e remover gradientes de densidade, o lado da peça apoiado durante a sinterização, a planeza do apoio das amostras no forno, assim como o efeito da distribuição da temperatura no interior do forno, visando minimizar os efeitos da compactação heterogênea e as contrações de sinterização. A escolha criteriosa desses parâmetros, consequentemente, resultará em menor tempo de usinagem para correção de forma, que focará principalmente no acabamento. Outra opção tecnológica pode ser o processo *HIP*, do inglês *Hot Isostatic Pressing*, principalmente para satisfazer elevada demanda ou para melhores propriedades mecânicas, tolerâncias geométrica, dimensional e rugosidade.

As topografias mostradas nas Figuras 4.44 e 4.45 representam as superfícies das amostras compactadas e sinterizadas, respectivamente.

Figura 4.44 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) do compactado. Objetiva de 20x, campo escuro e luz monocromática.

Figura 4.45 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) do sinterizado. Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.

Conforme relatado na literatura, o valor da rugosidade média aritmética diminui com a sinterização. A princípio, a diferença entre os pontos mais altos e mais baixos (Sz) são similares nas amostras compactada (8,73 μm) e sinterizada (9,72 μm). Porém, nota-se que as cores indicativas da variação altimétrica da peça sinterizada na escala lateral estão

praticamente contidas entre a branca e a amarela ($\Delta Z \approx 4,5 \mu\text{m}$), principalmente entre a branca e vermelha ($\Delta Z \approx 1,5 \mu\text{m}$). A microscopia confocal teve dificuldade para mensurar algumas regiões da superfície (setas pretas) que não são mostradas na imagem em 3D da Figura 4.45, mas são reconstruídas na vista de topo pelo programa Talymap Gold e, provavelmente, a superfície real deve ser melhor que a imagem apresentada.

A Figura 4.46 demonstra, ao final do intervalo de uma hora de usinagem, a predominância do corte dúctil, sem trincas e riscos aleatórios. Nota-se também a presença de dois níveis de riscamento; um mais severo, com largura e profundidade maiores, e outro mais brando, no qual o microcorte parece ser o mecanismo de remoção predominante.

Em algumas peças ainda há resquícios da superfície genitora (sinterizada), tal como a presença de poros abertos, depressões de geometria esférica ou zonas não usinadas com geometria e dimensão heterogêneas. No contexto deste trabalho, estes substantivos são classificados como irregularidades e serão minimizados aumentando-se o tempo de usinagem, uma vez que as condições de lapidorretificação U_d estudadas forneceram baixa TRM.

Figura 4.46 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) feita ao final das nove condições de lapidorretificação U_d . Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.

A condição de $U_d = 1$ e rebolo de #300 levantou a suspeita de que além do corte dúctil, houve também microsulcamento e deslocamento plástico de material, como pode ser visto na ampliação da microscopia confocal da Figura 4.47.

Figura 4.47 – Microscopia confocal (Leica DCM 3D) da superfície da zircônia lapidorretificada com rebolo de #300 dressado com $U_d = 1$. Objetiva de 100x, campo claro e luz branca.

As setas verdes exemplificam a condição de microcorte. As áreas identificadas por círculos brancos mostram a deformação plástica na intersecção dos riscos, mostrando a sequência cronológica de eventos, na medida em que os últimos riscos se sobrepuseram aos riscos predecessores.

As setas roxas mostram áreas que, inicialmente, com base apenas na microscopia confocal, foram assumidas como microtrincadas. Porém, a microscopia eletrônica comprovou que na realidade não se tratavam de microtrincas, mas sim movimentação plástica de material em direção ao risco. Outro fato que ampara esta tese na microscopia confocal é que a seta verde da esquerda aponta um risco profundo sem ocorrência de trinca e, portanto, como poderia condições bem menos agressivas, indicadas com as setas roxas, gerar tal falha?

O fato de a cerâmica estar sendo constantemente deformada plasticamente em todas as direções traz a tona o fenômeno do encruamento. Sabe-se que este tem um limite máximo, que se ultrapassado, levará ao rompimento do material. Essa discussão será retomada a seguir na análise das microscopias eletrônicas de varredura que mostram grandes ampliações.

A Figura 4.48 apresenta os desvios de planeza das peças ao final de uma hora das nove condições de lapidorrretificação U_d .

Figura 4.48 – Desvio de planeza das superfícies lapidorrretificadas por uma hora em função da granulometria dos rebolos e U_d 's.

O perfilômetro de contato não pôde ser usado para quantificar o desvio de planeza na amostra compactada já que sua ponta de diamante riscaria o compactado. Portanto, o perfilômetro de contato foi empregado apenas nos corpos sinterizados.

Por outro lado, a técnica sem contato de microscopia confocal não consegue analisar de uma única vez toda área de 15 x 15 mm no equipamento disponível, sendo necessária a aquisição de diversas subáreas para posterior reconstrução e quantificação. O método de aquisição de imagens desta técnica implica na movimentação espacial da mesa motorizada sobre a qual a peça é apoiada para varredura da sua superfície. O erro de linearidade do sistema mecânico inviabilizou a quantificação do desvio de planeza.

Confrontando as Figura 4.48 e 4.37, nota-se que quando a rugosidade melhorou o desvio de planeza piorou para os U_d 's 1 e 5. O menor desvio de planeza, 0,308 μm, foi alcançado com o rebolo de #800 dressado com $U_d = 3$ e, na condição de #300 e $U_d = 1$, o maior desvio, 1,74 μm.

4.4.3 Microscopia eletrônica de varredura

Primeiramente, tecem-se alguns comentários sobre o condutor elétrico depositado nas amostras na qualidade da microscopia eletrônica.

Embora todas as imagens finais tenham sido adquiridas com deposição de ouro, exceto a Figura 4.16-a na qual as manchas escuras são flocos de carbono, também foram realizados testes com deposição de carbono.

Para menores ampliações o carbono deixou a imagem melhor, mais nítida, contudo as partículas depositadas eram maiores ($63,68 \pm 7,62$ nm) e apareciam nas grandes ampliações. A Figura 4.16-a mostra a ocorrência de precipitação de grandes núcleos de carbono sobre a superfície, que tornaram a deposição heterogênea e comprometeram a integridade da microscopia.

Por outro lado, o ouro teve uma maior homogeneidade de cobertura e menores tamanho médio e desvio padrão de partícula ($18,79 \pm 4,92$ nm). Sabe-se também que uma monocamada de gases pode ficar aprisionada entre as superfícies da peça e da camada depositada. Em alguns locais, o aquecimento provocado pela focalização do feixe de elétrons expandiu esses gases sob o ouro e, devido ao elevado vácuo da câmara do MEV surgiram bolhas que se expandiram até se romperem, resultando em uma malha superficial de trincas no revestimento. Quase todas as peças apresentaram esse fenômeno, em maior ou menor escala, que podem ser vistos pela magnificação das mesmas na tela do computador, mas devido a menor ampliação e a restrição de qualidade, esses defeitos ficaram imperceptíveis nas imagens impressas de microscopia. Diante do exposto optou-se pelo ouro.

A Figura 4.49 exhibe as microscopias eletrônicas das amostras lapidorréticas na mesma disposição da Figura 4.46, porém com ampliação duas vezes maior, aproximadamente.

Infelizmente, não foi possível focalizar exatamente as mesmas regiões por falta de um sistema de referência comum aos instrumentos de microscopia confocal e eletrônica, mas buscou-se mostrar as mesmas adjacências (que também representam as superfícies como um todo) e as Figuras 4.46 e 4.49 guardam certa correspondência entre cada uma das imagens. Essa comparação é muito importante para mostrar diferenças na interpretação das superfícies em função da técnica de imagem.

A qualidade das imagens obtidas por meio do microscópio eletrônico assistido por FEG é muito superior. Embora o microscópio utilizado não possa mensurar a rugosidade, a superioridade de ampliação é indiscutivelmente melhor do que no confocal.

Figura 4.49 – Microscopia eletrônica de varredura ao final das nove condições de lapidorrretificação U_d .

As imagens das microscopias confocal e eletrônica fornecem subsídios para identificar condições de **microcorte** (*microcutting*), **microsulcamento** (*microplowing*) e **microranhuramento** (*microgrooving*). Os corpos de prova tiveram todas as suas superfícies analisadas em ambas as técnicas e não foi visto **nenhuma trinca** dentre as nove condições de lapidorrretificação U_d ensaiadas.

O microcorte foi mais atuante no início, quando os abrasivos estavam afiados. Os outros estiveram presentes em praticamente todo o processo, ficando mais evidenciados na medida em que as arestas de corte se desgastavam e tinham seus raios de ponta aumentados, exatamente como descrito por Marsh (1964).

A Figura 4.50 exemplifica o microsulcamento que desloca material para as bordas do sulco.

Figura 4.50 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microsulcamento na zircônia.

O microranhuramento pode ser visto na Figura 4.51. Os grãos de zircônia são esmagados, deformados plasticamente, eliminando os contornos de grão por meio da movimentação longitudinal de material.

Figura 4.51 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microranhuramento na zircônia.

A penetração do abrasivo na peça gerou uma seção transversal de corte que cortou material em regime dúctil com pequena deformação plástica residual na peça, que pode ser comprovada pela não elevação das bordas e a ocorrência de marcas paralelas na direção da usinagem no vale da região demarcada na Figura 4.52, ilustrando, portanto, a condição de microcorte.

Figura 4.52 – Microscopia eletrônica de varredura exemplificando o microcorte/riscamento na zircônia.

De acordo com Schinker e Döll (1987) mecanismos de microsulcamento e microranhuramento promovem não somente deformação lateral, mas também a compressão do material na direção da usinagem e o aumento da profundidade de corte faz com que o microcorte volte a acontecer. Essa foi a principal explicação encontrada para justificar o melhor acabamento médio com o rebolo de maior tamanho médio de abrasivo, somado a maior friabilidade do SiC de #300.

Os diminutos cavacos são mostrados na Figura 4.53. A microscopia revela que há resíduos soltos e outros que se aderiram novamente (deformação plástica) em virtude dos esforços de lapidorrificação, em ambas as situações possuem diferentes tamanhos e formas.

Figura 4.53 – Microscopia eletrônica de varredura mostrando os resíduos da lapidorretificação U_d .

A lapidorretificação U_d alcançou condições de plasticidade da zircônia que levam a acreditar que os mecanismos de remoção predominantes foram o microcorte e a pulverização de material. No primeiro mecanismo o volume de material removido é igual ao volume da marca deixada. No segundo, acredita-se que a zircônia ao acumular sucessivas deformações em distintas direções (defeitos) alcançou um estado em que microtrincas foram nucleadas na interface de regiões deformadas e recristalizadas (paralelamente à superfície) e, conseqüentemente, esse fenômeno poderia ser associado com um processo similar ao endurecimento dos metais devido ao trabalho a frio (encruamento) (TABARES *et al.*, 2011), arrancando frações com as mais variadas geometrias e dimensões.

Acredita-se que esse último mecanismo de remoção de material, que está associado a alta deformação plástica, seja consequência de fadiga de baixo ciclo, que promove superfícies lisas e praticamente isentas de riscos. A Figura 4.52 apresenta essas áreas não riscadas que foram constantemente atacadas por abrasivos.

4.4.4 Espectroscopia Raman

A Figura 4.54 apresenta o espectro Raman das amostras TZ-3Y-E submetidas as nove condições de lapidorretificação U_d , uma amostra sinterizada e uma amostra de pó monoclinico TZ-0 compactada.

Figura 4.54 – Intensidade Raman *versus* deslocamento (cm^{-1}) das amostras TZ-3Y-E submetidas as nove condições de lapidorretificação U_d , amostra apenas sinterizada e compactado monoclinico TZ-0. As linhas verticais pretas e vermelhas foram sobrepostas ao gráfico para indicar os deslocamentos das fases tetragonal (t) e monoclinica (m), respectivamente, segundo Pezzotti e Porporati (2004).

Diversas regiões de cada uma das nove peças tiveram o espectro Raman recolhido, uma vez que o ponto focal de análise tem $1\ \mu\text{m}$ de diâmetro. Também foram executados microscopia Raman em uma linha de $4\ \text{mm}$ de comprimento em todas as nove peças. O gráfico revela, qualitativamente, que não houve desestabilização da fase tetragonal nas superfícies das peças lapidorretificadas. Os picos estão todos localizados em deslocamentos referentes à fase tetragonal, de acordo com a relação entre os deslocamento e fases apresentados no trabalho de Pezzotti e Porporati (2004).

Utilizando as equações apresentadas na Tabela 2.8 foi possível avaliar quantitativamente as porcentagens em volume da fase monoclinica, mostradas na Tabela 4.3.

Tabela 4.3 – Avaliação quantitativa da fração volumétrica da fase monoclinica segundo diversos pesquisadores.

Autor	Parâmetro		Granulometria rebolo (<i>mesh</i>)	Grau de recobrimento (U_d)	V_m [%]	V_m máx. [%]	V_m mín. [%]
k	δ						
Clarke e Adar (1982)	0,97	1	800	1	0,50		
			600	1	0,47		
			300	1	0,50		
			800	3	0,50		
			600	3	0,50	-	-
			300	3	0,50		
			800	5	0,50		
			600	5	0,50		
			300	5	0,50		
Katagiri <i>et al.</i> (1988)	0	2,2±0,2	800	1	0,48	0,50	0,46
			600	1	0,49	0,51	0,47
			300	1	0,48	0,50	0,46
			800	3	0,48	0,50	0,46
			600	3	0,48	0,50	0,46
			300	3	0,48	0,50	0,46
			800	5	0,48	0,50	0,46
			600	5	0,48	0,50	0,46
			300	5	0,48	0,50	0,46
Lim <i>et al.</i> (1992)	1	0,33±0,33	800	1	0,75	1,0	0,60
			600	1	0,73	1,0	0,57
			300	1	0,75	1,0	0,60
			800	3	0,75	1,0	0,60
			600	3	0,75	1,0	0,60
			300	3	0,75	1,0	0,60
			800	5	0,75	1,0	0,59
			600	5	0,75	1,0	0,60
			300	5	0,75	1,0	0,59
Kim, Hahn e Han (1997)	-	-	800	1	0,20		
			600	1	0,20		
			300	1	0,20		
			800	3	0,20		
			600	3	0,20	-	-
			300	3	0,20		
			800	5	0,20		
			600	5	0,20		
			300	5	0,20		
Casellas <i>et al.</i> (2001)	-	-	800	1	0,53		
			600	1	0,52		
			300	1	0,53		
			800	3	0,53		
			600	3	0,53	-	-
			300	3	0,53		
			800	5	0,53		
			600	5	0,53		
			300	5	0,53		

A porcentagem em volume da fase monoclinica foi inferior a 1%, ou seja, praticamente desprezível. A grande dimensão das peças em relação a área analisada não garante que toda a superfície esteja estabilizada.

Sobre os ensaios de espectroscopia, ressalta-se que a presença de um filtro passa banda entre a saída do microscópio confocal e a fibra ótica que leva a luz até a câmera CCD, não permitiu a aquisição de deslocamentos abaixo $\sim 150 \text{ cm}^{-1}$ dificultando a detecção do deslocamento 145 cm^{-1} referente a fase tetragonal. Por se tratar de análise comparativa com o objetivo de detectar a presença de picos monoclinicos e a similaridade dos espectros, entende-se que o estudo foi bem sucedido ao demonstrar que não houve transformação martensítica superficial provocada pela lapidorretificação U_d .

De acordo com a Figura 4.55, a espectroscopia também apresentou variação das intensidades na vizinhança dos deslocamentos 1372 e 1402 cm^{-1} . Comparando com o espectro da zircônia sinterizada é possível observar que houve redução nas intensidades daqueles picos após a lapidorretificação, exceto para a condição que usou o rebolo de #600 e $U_d = 1$, que permaneceu próxima à peça simplesmente sinterizada. Não foi encontrado correlação entre as intensidades dos picos e as condições de usinagem, embora a espectroscopia apresente resultados distintos em decorrência das condições de usinagem. Também não foram encontradas explicações para esses achados na literatura.

Figura 4.55 – Intensidade Raman *versus* deslocamento (cm^{-1}) das amostras TZ-3Y-E submetidas as nove condições de lapidorretificação U_d e apenas sinterizada.

4.4.5 Difração de raios x

A Figura 4.56 apresenta a difração de raios x (1) da matéria prima usada neste trabalho exatamente como fornecida (Tosoh TZ-3Y-E), (2) peça prensada isostaticamente a 200 MPa com 2 vol% de PVB e sinterizada a 1400 °C por 2 horas, (3) peça com as características anteriores submetida a uma hora de lapidorretificação com o rebolo de SiC de #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm e MQF Emulsão 1:40 e, por último, (4) um compactado, sem ligante, a 80 MPa de pó monoclinico TZ-0 para ajudar identificar a ocorrência desta fase na zircônia estabilizada com 3 mol% de ítria.

Figura 4.56 – Difração de raios x de amostras do (1) pó Tosoh TZ-3Y-E (matéria prima), (2) Tosoh TZ-3Y-E sinterizada (1400 °C, 2 horas), (3) Tosoh TZ-3Y-E lapidoretificada (1 hora, SiC #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm, MQF Emulsão 1:40) e (4) pó Tosoh monoclinico TZ-0.

A matéria prima apresenta traços da fase monoclinica, indicada pelas setas roxas nas proximidades de 33° e 36,5° (2θ). A sinterização eliminou a fase, resultando em um material totalmente tetragonal, segundo o difratograma da Figura 4.56.

A DRX das nove condições de lapidoretificação é mostrada na Figura 4.57.

Figura 4.57 – Difração de raios x de amostra do pó Tosoh monoclinico, pó Tosoh TZ-3Y-E (matéria prima), Tosoh TZ-3Y-E sinterizada (1400 °C, 2 horas) e peças Tosoh TZ-3Y-E lapidorretificadas (1 hora, P = 100 kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm, MQF Emulsão 1:40).

A lapidorretificação com os rebolos de #800 e #600 praticamente não alterou o difratograma em relação à peça sinterizada, apenas sutil assimetria (alargamento à esquerda) ao redor de 35°, sendo mais pronunciado o fenômeno na condição com o rebolo de #600.

Observam-se dois fenômenos característicos decorrentes da lapidorretificação com o maior tamanho de partícula abrasiva (#300). O alargamento assimétrico dos picos tetragonais nas proximidades de 35° e 59° (seta preta) e a reversão das intensidades dos picos tetragonais a 40° e 41° (2θ). Virkar e Matsumoto (1986), Mehta, Jue e Virkar (1990) e Tabares *et al.* (2011) afirmam que a reversão ocorre pela mudança do domínio ferroelástico e Noronha (2013) exemplifica essa alteração como reorientação de planos cristalográficos a nível de cristalito (informação verbal)¹. Este pesquisador também aponta que o alargamento dos picos observados no difratograma também pode indicar um refinamento superficial dos grãos, o que vem ou encontro dos achados de Tabares *et al.* (2011), que observou uma zona de grãos recristalizados de ~20 nm de diâmetro em consequência do processo de retificação.

¹ Informação fornecida por Noronha em reunião técnica realizada na Faculdade de Ciências da Unesp de Bauru, em 18/09/2013 às 14:00 horas.

Tabares *et al.* (2011) também mostraram que para DRX com ângulos de incidência rasante de 1° a assimetria observada no espectro da zircônia retificada é devido à sobreposição da fase tetragonal com a romboédrica, presente em profundidades de até 0,3 μm .

Diversos autores têm associado a fase romboédrica com a distorção da fase cúbica na direção [111] (HASEGAWA *et al.*, 1983; KITANO *et al.*, 1988; MITRA *et al.*, 1993; TABARES *et al.*, 2011). Portanto, de acordo com Tabares *et al.* (2011), a probabilidade de encontrar grãos romboédricos é igual a probabilidade de encontrar grãos de fase cúbica. Por outro lado, Hasegawa *et al.* (1983), Burke e Rainforth (1997) e Tabares *et al.* (2011) defendem que, a temperatura ambiente, a fase romboédrica somente é estável sob elevada tensão de compressão.

A partir do espectro de DRX, é possível que o alargamento do pico seja devido a sobreposição do pico tetragonal (111) com outro pico simétrico, correspondente à reflexão do plano (111) da fase cúbica movida para a esquerda da sua posição no estado sinterizado. Se a fase cúbica sofre a mesma textura observada nas fases tetragonal e monoclinica, seus planos {110} serão orientados aproximadamente paralelos à superfície. Esta configuração explicaria a mudança do pico cúbico (111) para o lado esquerdo, quando tensão biaxial de compressão é imposta na superfície (TABARES *et al.*, 2011).

Os ensaios de espectroscopia Ramam, que analisaram apenas a superfície pela técnica confocal, demonstram que não foi detectada transformação de fase $t \rightarrow m$. A técnica de DRX, que é uma medida volumétrica (cps/volume ou massa), também mostrou qualitativamente que não há fase monoclinica no volume analisado. Consequentemente, a associação das duas técnicas mostrou que não há desestabilização de fase gerada pelo processo de lapidorretificação U_d nas condições estudadas.

Comparando os resultados desta tese com os obtidos por Tabares *et al.* (2011), na retificação do mesmo material, vemos a superioridade do processo de lapidorretificação U_d à retificação, pois neste ocorreram três regiões distintas na superfície das amostras, a saber da superfície em direção ao interior da peça: (1°) zona recristalizada de grãos ~20 nm de diâmetro, (2°) zona deformada plasticamente e (3°) zona que sofreu transformação $t \rightarrow m$, resultando em tensão residual de compressão devido a impossibilidade de acomodar as mudanças de forma das variantes restringidas pelo material não-transformado circundante.

A análise quantitativa aplicando o método proposto por Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a e 1984b) e Sato *et al.* (2008) revelou máximo de 0,1% em volume de fase monoclinica no volume analisado das peças lapidorretificadas (Tabela 4.4). Os valores da porcentagem da

fase monoclinica calculados pelas técnicas DRX e Raman não podem ser comparados sem que haja uma calibração para equiparar os resultados.

A não detecção (valores desprezíveis) de transformação martensíticas no volume demonstra que a lapidorretificação não produziu a terceira região descrita por Tabares *et al.* (2011), mantendo a fase tetragonal desejada que garante as melhores propriedades da peça.

Tabela 4.4 – Porcentagem em volume da fase monoclinica (V_m) nas peças lapidorretificadas.

Autor	Granulometria rebolo (<i>mesh</i>)	Grau de recobrimento (U_d)	V_m (%)
Toraya, Yoshimura e Somiya (1984a e 1984b) e Sato <i>et al.</i> (2008)	800	1	0,033
	600	1	0,042
	300	1	0,101
	800	3	0,038
	600	3	0,034
	300	3	0,057
	800	5	0,037
	600	5	0,035
	300	5	0,077

Embora a Tabela 4.4 apresente valores insignificantes de fase monoclinica, nota-se que há uma tendência de que condições de usinagem mais agressivas (maior partícula abrasiva e menor U_d) provoquem mais transformação do que as condições mais brandas.

A pequena porcentagem de fase monoclinica presente no volume mais externo pode ser decorrência das condições tribológicas mais brandas da lapidorretificação U_d . Menor profundidade efetiva de corte, baixa velocidade relativa (< 2 m/s), temperatura de corte próxima a ambiente, predominância do modo dúctil de remoção e a estabilização da fase tetragonal pela tensão residual supostamente de compressão.

O maior dano provocado pelo rebolo de #300 pode ser consequência da maior pressão específica de corte que deformou plasticamente a superfície. Embora o melhor acabamento tenha sido conseguido com este rebolo, verificou também que o mesmo provocou maior alteração cristalográfica no material. O menor valor de rugosidade R_a deve ser consequência da friabilidade do abrasivo. A escolha das condições de lapidorretificação deve, portanto, levar em consideração não somente os resultados de rugosidade, mas também as modificações estruturais que influenciarão a vida da peça em função das condições de uso. Caso seja comprovado que aquela condição provoca tensão residual de compressão, o processo deverá ocupar posição de destaque na usinagem de ultraprecisão de peças cerâmicas susceptíveis à fadiga e envelhecimento.

4.4.6 Epi-fluorescência

A Figura 4.58 apresenta quatro imagens de microscopia de epi-fluorescência.

Figura 4.58 – Microscopia de epi-fluorescência (a) pó Tosoh monoclinico conforme fornecido, (b) pó Tosoh TZ-3Y-E conforme fornecido, (c) compactado 80 MPa Tosoh monoclinico e (4) Tosoh TZ-3Y-E lapidorretificada por 60 minutos com rebolo de SiC de #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm.

A matéria prima sem estabilizante, portanto de fase predominantemente monoclinica, exatamente como recebida do fornecedor apresentou fluorescência quando excitada no espectro ultravioleta, como mostra a Figura 4.58-a. A geometria das partículas está melhor ilustrada na Figura 4.59 que mostra duas imagens de MEV-FEG do material, possivelmente desidratado por secagem por pulverização devido ao formato de concha dos aglomerados.

O mesmo não ocorreu na matéria prima pulvurenta estabilizada com 3 mol% de ítria, Figura 4.58-b, que, portanto, não fluoresceu diante do filtro passa banda do microscópio.

Imagens de MEV-FEG da zircônia TZ-3Y-E já apresentadas na Figura 4.12 ajudam a relembrar a geometria dos aglomerados.

Figura 4.59 – Microscopias eletrônicas de varredura com *field emission gun* (MEV-FEG) da matéria prima Tosoh monoclinica TZ-0 conforme fornecida.

A Figura 4.58-c ilustra a forte fluorescência do compactado monoclinico prensado uniaxialmente e sem ligante a 80 MPa. A peça não foi sinterizada, pois sem nenhum estabilizante a transformação de tetragonal para monoclinica provocaria a fragmentação da mesma.

A Figura 4.58-d mostra a fluorescência pontual homogeneamente dispersa sobre a superfície lapidorrretificada da peça feita de TZ-3Y-E por sessenta minutos, com rebolo de SiC de #300, $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $n_r = n_p = 100$ rpm. As oito condições de usinagem restantes também apresentaram o fenômeno, mas as imagens foram omitidas por serem qualitativamente semelhantes.

Embora a literatura relate o uso da fotoluminescência como ferramenta de avaliação de bandas eletrônicas de transição, estrutura, defeitos, composição química (LAI *et al.*, 2005) e tensão residual (SHENG GUO e TODD, 2011), não foi encontrada imagem nem protocolo focados na diferenciação visual das fases por meio de técnica que distinga a fase tetragonal da monoclinica dentro do espectro eletromagnético visível. Ressalta-se que de forma alguma a busca foi dada como completa, devendo ser aprofundada em trabalhos futuros que, dentro outros aspectos, focarão na proposição de protocolo visando aplicar a técnica para descrever quantitativamente as fases constituintes.

Os resultados encontrados foram surpreendentes, consequência da curiosidade do autor e do técnico de microscopia do Instituto de Física de São Carlos (IFSC), Wagner Rafael Correr, visando descobrir se a detecção de fases e suas distribuições poderiam ser feitas visualmente, de forma mais simples, não destrutiva, barata, rápida e tão confiável quanto as tão difundidas técnicas de DRX e Raman.

Os diminutos pontos fluorescentes homogeneamente distribuídos na superfície das peças lapidorretificadas, representadas pela Figura 4.58-d, sugerem, portanto, a ocorrência de defeitos/alterações localizados que podem ter sido introduzidos ao longo da usinagem.

Diante dos resultados de DRX e Raman não se pode afirmar que a fluorescência seja consequência de transformação martensítica, porém, tensões de compressão podem ter estabilizado a fase romboédrica e está sim pode ser parcialmente responsável pela fluorescência.

5 CONCLUSÃO

O processo de lapidorretificação U_d de amostras planas de zircônia tetragonal estabilizada com 3 mol% de ítria (TZ-3Y-E), por meio de rebolos de liga epóxi de SiC dressados com grau de recobrimento (U_d), foi: estudado; desenvolvido - sejam no projeto de equipamento, processamento de corpos cerâmicos e processo de usinagem; experimentado e produziu peças de superfícies lisas e planas sem introdução ou alterações microestruturais significativas, principalmente ao manter a fase tetragonal estável, promovendo acabamentos condizentes aos anseios dos processos abrasivos que visam à ultraprecisão (UP).

A tecnologia de lapidorretificação encontra-se plenamente desenvolvida para atender as necessidades de pesquisa e produção industrial de cerâmicas planas com ampla faixa de acabamento, podendo atingir rugosidades nanométricas. A lapidorretificação U_d também pode consentir condições menos exigentes de rugosidade superficial sem abrir mão do controle do desvio de planeza com qualidade superior à lapidação tradicional; em menor tempo em decorrência da maior taxa de remoção de material (TRM), peça limpa, baixo consumo de fluido de corte e com integridade superficial.

O **projeto evolutivo** da Lapidorretificadora Fiocchi, estruturado em uma morfologia de projeto, tratou-se de uma máquina-ferramenta CNC com exatidão de posicionamento dos eixos lineares na faixa dos centésimos de milímetros, concentrando estrutura soldada de aço carbono e usinada com máquinas ferramentas convencionais, *drives* e motores de passo, programa de controle de arquitetura aberta, ampla disponibilidade de afiação (dressagem) do rebolo por meio do grau de recobrimento (U_d), rebolos convencionais SiC, uso otimizado de fluido de corte por MQF, sistema contínuo de limpeza do rebolo, cinemática de retificação de trajetórias cícloidalas (homogeneidade do acabamento independente da direção), contato total da superfície em usinagem (estabilidade térmica e tensional), controle da pressão em processo e placa de fixação à vácuo para minimizar a distorção de peças delgadas e frágeis.

- Foi constituída de um cabeçote para a compensação angular e reposicionamento próximo à superfície de usinagem, o que tornou o sistema mais estável, rígido e menos susceptível as forças de corte em consequência do menor braço de alavanca atual, melhorando o desempenho do conjunto. A placa de vácuo apresentou fixação rígida com fácil montagem/desmontagem da placa de vidro.

- A rotação do eixo do cabeçote foi feita por um servomotor que garantiu velocidade angular constante da peça, sem vibração, podendo ser desligado durante a

operação de dressagem visando poupar energia e manutenção do sistema. Além disso, a Lapidorretificadora Fiocchi agregou a opção de giro nos sentidos horário e anti-horário do porta-peça, visando diferentes N_L .

- O conjunto de acionamento dos eixos de translação (motores de passo, *step motor drives* STR8 e fontes elétricas toroidais) atendeu aos requisitos de projeto, produzindo movimentos suaves, boa aceleração, baixo aquecimento dos motores e das fontes e sem ressonância mecânica dos eixos da Lapidorretificadora Fiocchi, corrigindo as deficiências previamente apontadas sem a necessidade de migrar para uma solução técnica de maior valor.

O **processamento cerâmico** incluiu a rota completa com controle das técnicas e métodos e foram fundamentais para obterem-se corpos cerâmicos densos e homogêneos, compatíveis com o acabamento aspirado. A análise criteriosa de todas as etapas apontaram as limitações e influências que podem ser acumuladas na peça e afetar as propriedades finais e, consequentemente, sua usinagem de acabamento.

- No universo da produção *near net shape* na manufatura cerâmica de ultraprecisão, deve-se levar em conta a técnica de compactação (prensagem), suas respectivas associações e acabamento do molde; a inclusão do processo de usinagem cerâmica a verde para dar forma e remover gradientes de densidade; o lado da peça apoiado, a planeza do apoio das amostras no forno, assim como o efeito da distribuição da temperatura no interior do mesmo, visando minimizar os efeitos da compactação heterogênea e as contrações de sinterização. A escolha criteriosa desses parâmetros, consequentemente, resultará em menor tempo de usinagem para correção de forma, que focará, sobretudo, no acabamento.

Quanto ao **processo de usinagem**, batizado de Lapidorretificação U_d e a máquina-ferramenta nomeada de Lapidorretificadora Fiocchi, entende-se que se trata de processo abrasivo de acabamento plano por retificação de face com cinemática planetária à pressão constante que faz uso de ferramentas abrasivas de liga epóxi dressadas com grau de recobrimento (U_d).

- O estado superficial do rebolo durante a lapidorretificação influenciou fortemente o acabamento do processo e definiu o predomínio da abrasão dois ou três corpos. A limpeza por aspiração foi fundamental para remover partículas soltas maiores, melhorando a rugosidade em 21,6% ao promover abrasão dois corpos. Todavia, abrasivos soltos de dimensões abaixo do diâmetro médio equivalente crítico favoreceram o acabamento, com redução de 57,15% da rugosidade. O uso de suspensão de fluido de corte e abrasivos de

dimensões adequadas pode aumentar a vida da ferramenta se forem aplicados em associação com a aspiração dos resíduos sobre o rebolo.

- Não houve adesão de zircônia nos rebolos em nenhuma das condições avaliadas. As ferramentas permaneceram com porosidades abertas, sendo a abrasão o principal mecanismo de desgaste das ferramentas.

- Ao final do período de uma hora de avaliação da lapidorretificação U_d , a menor rugosidade média aritmética (R_a) foi alcançada com as condições de $U_d = 5$ e SiC de #300 ($R_a = 60,63$ nm).

- Dentre os três valores de U_d 's estudados, o maior deles ($U_d = 5$) foi o que mais influenciou a rugosidade. Quanto maior o tamanho do abrasivo, menor o valor da rugosidade R_a . A maior friabilidade do SiC de #300, decorrência da sua maior dimensão, teve papel fundamental no melhor acabamento em decorrência da constante renovação das arestas de corte.

- Não foi identificado na literatura e indústria processo abrasivo capaz de alcançar acabamento nanométrico similar com mesmo tamanho e tipo de abrasivo em TZ-3Y-E plana.

- Na média, U_d 's maiores tendem a desenvolver menor potência de corte na lapidorretificação U_d de TZ-3Y-E. A oferta de macro e micro geometrias reais diferentes das teóricas pode alterar a quantidade ativa de abrasivos (arestas de corte) além dos ângulos de cunha, de saída e de folga dos abrasivos ativos. A granulometria, a friabilidade do abrasivo e a “saúde” do ligante também exercem papéis fundamentais, pois, na prática, induzem distintos macro e microefeitos, além de danos estruturais no rebolo, extremamente difíceis de serem qualificados e quantificados.

- A dressagem com grau de recobrimento (U_d) com dressador de ponta única de diamante promoveu diferentes taxas de remoção de material, desvios de planeza e rugosidades nas amostras lapidorretificadas. A maior influência do U_d aconteceu com o rebolo de SiC de #300.

- As imagens das microscopias confocal e eletrônica forneceram subsídios para identificar a ocorrência do microcorte (*microcutting*), microsulcamento (*microplowing*) e microranhuramento (*microgrooving*). Dentre as nove condições de lapidorretificação U_d ensaiadas nenhuma trinca foi detectada.

- O microcorte foi mais atuante no início, quando os abrasivos estavam afiados. Os outros mecanismos estiveram presentes em praticamente todo o processo, ficando mais

evidenciados na medida em que as arestas de corte se desgastavam e tinham seus raios de pontas aumentados.

- A deformação plástica advinda do microranhuramento deformou plasticamente os grãos da zircônia, eliminando os seus contornos por meio da movimentação (arrastamento) de material.

- A condição de microcorte foi caracterizada pela penetração do abrasivo na peça que cortou material em regime dúctil com pequena deformação plástica residual na peça, comprovada pela não elevação das bordas e a ocorrência de marcas paralelas na direção da usinagem no vale da região cortada.

- Mecanismos de microsulcamento e microranhuramento promoveram não somente deformação lateral, mas também a compressão do material na direção da usinagem e o aumento da profundidade de corte fez com que o microcorte prevalecesse. Essa foi a principal explicação encontrada para justificar o melhor acabamento médio com o rebolo de maior tamanho de abrasivo, somado a maior friabilidade do SiC de #300, embora a difração de raios x aponte que este rebolo tenha promovido maior alteração cristalográfica na TZ-3Y-E.

- A lapidorretificação U_d gerou cavacos de diferentes tamanhos e formatos. Em condições específicas esse material ficou aderido à superfície da peça.

- A lapidorretificação U_d alcançou condições de plasticidade da zircônia que apontam para os mecanismos de remoção predominantes de microcorte e a pulverização de material. No primeiro mecanismo o volume de material removido pode ser igual ao volume da marca deixada. No segundo, acredita-se que a zircônia ao acumular sucessivas deformações em distintas direções (defeitos) alcançou um estado em que microtrincas foram nucleadas paralelamente à superfície de regiões deformadas e recristalizadas e, conseqüentemente, esse fenômeno poderia estar associado a um processo similar ao endurecimento dos metais devido ao trabalho a frio (encruamento), arrancando partículas com as mais variadas geometrias e dimensões. Acredita-se que esse último mecanismo de remoção de material, que está associado à alta deformação plástica, seja consequência de fadiga de baixo ciclo, que promove superfícies lisas e praticamente isentas de riscos.

- Segundo a espectroscopia Raman e a difração de raios x não houve transformação martensítica apreciável nas superfícies das peças lapidorretificadas, prevalecendo a fase tetragonal de maior resistência e tenacidade à fratura.

- A difração de raios x revelou a ocorrência da fase monoclinica na matéria prima TZ-3Y-E como fornecida pela Tosoh, com picos monoclinicos em $2\theta = 33^\circ$ e $36,5^\circ$. A sinterização eliminou a fase, resultando em um material policristalino totalmente tetragonal.
- A lapidorretificação com os rebolos de #800 e #600 praticamente não alterou o difratograma em relação à peça sinterizada, apenas sutil assimetria (alargamento à esquerda) ao redor de $2\theta = 35^\circ$, sendo mais pronunciado o fenômeno na condição com o rebole de #600.
- Dois fenômenos característicos foram identificados decorrentes da lapidorretificação U_d com o maior tamanho de partícula abrasiva (#300). (1) O alargamento assimétrico dos picos tetragonais nas proximidades de 35° e 59° e (2) a reversão das intensidades dos picos tetragonais a 40° e 41° (2θ). Acredita-se que a reversão ocorreu pela mudança do domínio ferroelástico com a reorientação de planos cristalográficos em nível de cristalito. O alargamento dos picos também pode indicar um refinamento superficial dos grãos que se recrystalizaram com dimensões nanométricas.
- A sobreposição das fases tetragonal e romboédrica também pode causar assimetria no espectro da zircônia pela deformação da fase cúbica na direção [111]. Sabendo que a fase romboédrica na temperatura ambiente somente é estável sob elevada tensão biaxial de compressão, acredita-se, portanto, que este foi o estado de tensão residual introduzido pela lapidorretificação U_d .
- As condições tribológicas mais brandas da lapidorretificação U_d caracterizadas por: (1) menor profundidade efetiva de corte, (2) baixa velocidade relativa de retificação (< 2 m/s), (3) temperatura de corte próxima a ambiente, (4) predominância do modo dúctil de remoção e (5) tensão residual biaxial de compressão nortearam a manutenção da estabilização da fase tetragonal.
- A maior alteração microestrutural provocada pelo rebole de #300 pode ser consequência da maior pressão específica de corte, que deformou plasticamente a superfície da TZ-3Y-E, entretanto, esta ferramenta obteve o melhor acabamento. A escolha das condições de lapidorretificação U_d deve, por conseguinte, levar em consideração não somente os resultados de rugosidade, mas também as modificações estruturais que influenciarão a vida da peça em função das condições de uso. A tensão residual de compressão coloca a lapidorretificação U_d em posição de destaque na usinagem de ultraprecisão de peças cerâmicas susceptíveis à fadiga.
- Os diminutos pontos fluorescentes homogeneamente distribuídos na superfície das peças lapidorretificadas sugerem que ocorreram modificações localizadas que podem ser resultado do processo abrasivo ou de defeitos introduzidos durante a obtenção das amostras.

- Diante dos resultados de DRX e Raman não se pode afirmar que a fluorescência seja consequência de transformação martensítica, porém tensões de compressão podem ter estabilizado a fase romboédrica e esta sim pode ser parcialmente responsável pela fluorescência.

Em face dos achados desta pesquisa, vislumbra-se que a lapidorretificação U_d poderá competir com o tradicional engajamento de processos de acabamento (retificação, lapidação e polimento) utilizados na indústria de cerâmica avançada em condições específicas.

6 SUGESTÃO PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliação da epi-fluorescência para quantificação de fases em zircônia.
- Lapidorretificação U_d de outros materiais biocompatíveis, por exemplo, zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) e cerâmicas de zircônia dispersa (DZC).
- Lapidorretificação U_d de semi-condutores e termistores.
- Lapidorretificação U_d de materiais ópticos.
- Lapidorretificação U_d de selos mecânicos e anéis de vedação.
- Análise da resistência à fratura de peças lapidorretificadas.
- Microscopia eletrônica de transmissão (MET) de superfícies lapidorretificadas para avaliação da recristalização superficial.
- Avaliação da tenacidade à fratura de peças lapidorretificadas por meio de ensaios de indentação.
- Avaliação da susceptibilidade ao envelhecimento da zircônia lapidorretificada.
- Quantificação da tensão residual de amostras lapidorretificadas.
- Desenvolvimento de rebolos superabrasivos.
- Comparação entre a lapidorretificação U_d e ELID de cerâmicas avançadas.
- Desenvolvimento de novas técnicas de dressagem.
- Avaliação de diferentes parâmetros de dressagem e lapidorretificação.
- Modelamento matemático do processo de lapidorretificação U_d .

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

AGÊNCIA BRASIL. 2013. Disponível em: <<http://agenciabrasil.ebc.com.br/noticia/2013-08-20/governo-vai-investir-r-440-milhoes-em-nanotecnologia>>. Acesso em 04 out. 2013.

AGÊNCIA BRASILEIRA DE DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL - ABDI. (2010a). **Panorama nanotecnologia. Agência Brasileira de Desenvolvimento Industrial**. Brasília.

AGÊNCIA BRASILEIRA DE DESENVOLVIMENTO INDUSTRIAL - ABDI. (2010b). **Cartilha Sobre Nanotecnologia. Agência Brasileira de Desenvolvimento Industrial**. Brasília.

ALBARO, J.L.A. (2001). A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial. Parte V: Descrição da Etapa de Prensagem. **Cerâmica Industrial**, v.6, n.3.

ALBARO, J.L.A. (2000). A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. parte I: O preenchimento das cavidades do molde. **Cerâmica Industrial**, v.5, n.5.

AMZALLAG, C.; LEIS, B.N.; RABBE, P. (1982). Low-cycle fatigue and life prediction. **ASTM STP 770**.

ANSTIS, G.R. *et al.* (1981). A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: i, direct crack measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, v.64, n.9, p.533-538.

ANYA, C.C.; ROBERTS, S.G. (1996). Indentation fracture toughness and surface flaw analysis of sintered alumina/SiC nanocomposites. **Journal of the European Ceramic Society**, v.16, n.10, p.1107-1114.

ARAI, S. *et al.* (2009). Ultra-precision grinding of PZT ceramics-Surface integrity control and tooling design. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.49, n.12-13, p.998-1007.

ARAUJO, L.A.O. (2009). **Projeto conceitual e construção de um protótipo de uma minimáquina para o corte de substratos de alumina**. 160f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2009.

ARAÚJO, S.M.S.O. (2012). **Obtenção e caracterização de compósito denso e poroso nanoestruturados de alumina-zircônia para utilização como biomateriais**. Tese (Doutorado) – Faculdade de Engenharia Mecânica, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2012.

ARDELT, T. (2000). **Einfluss der Relativbewegung auf den Prozess und das Arbeitsergebnis beim Planschlei mit Planetenkinematik**. 216f. Dissertation – Fraunhofer-Institut für Produktionsanlagen und Konstruktionstechnik, Berlin, 2000.

ARDELT, T. (1999). On the effect of path curves on Process and wheel wear in grinding on lapping machines. In: 3rd International Machining and Grinding Conference, 1999, Cincinnati. **Proceedings of the 3rd International Machining and Grinding Conference**.

ARGAWAL, S.; RAO, P.V. (2008). Experimental investigation of surface/subsurface damage formation and material removal mechanisms in SiC grinding. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.48, n.6, p.698-710.

ASTM C373-88. (2006). Standard test method for water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired whiteware products. **ASTM International**. 100 Barr Harbour Drive, P.O. Box C-700 West Conshohocken, Pennsylvania 19428-2959, United States.

AYDIN, I.; BRISCOE, B.J.; SANLITURK, K.Y. (1997). Dimensional variation of die-pressed ceramic green compacts: comparison of a finite element modelling with experiment. **Journal of the European Ceramic Society**, v.17, n.10, p.1201-1212.

BAKLOUTI, S. (1996). **Pressage de poudres d'alumine atomisée: Influence des liants organiques sur l'aptitude au presage**. Thesis – Limoges University, Limoges, 1996.

BARYLSKI, A.; DEJA, M. (2002). Shaping of the workpiece surface in single-disc lapping. **Archives of Civil and Mechanical Engineering**, v.2, n.2.

BECHER, P. F.; ROSE, L. R. F. (1994). Toughening mechanisms in ceramic systems. **Materials Science and Technology**, Weinheim, v.11, p.409-461.

BEDDOW, J.K. (1980). **Particulate Science and Technology**. United States: Chemical Publishing Co Inc.

- BENCOE, D.N.; DIANTONIO, C.B.; EWSUK, K.G. (2008). **Density gradient evolution in alumina powder compacts during sintering**. Albuquerque: Sandia National Laboratories.
- BER, A.; GUEVA, I. (1968). On the wear of the plane lapping plate. In: CIRP, 1968. **Annals of the CIRP**, v.XVI. p.409-413
- BEYER, P.; RAVENZWAAL, M. (2005). Innovative flat honing with vitrified-bond grinding and conditioning tools. **Industrial Diamond Review IDR**, n.4, p.47-50.
- BIFANO, T.G. (1988). **Ductile Regime Grinding of Brittle Materials**. Thesis (PhD) - North Carolina State University, 1988. Raleigh, North Carolina.
- BIFANO, T.G.; BIERDEN, P.A. (1997). Fixed-abrasive grinding of brittle hard-disk substrates. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.37, n.7, p.935-946.
- BIFANO, T.G.; Yi, Y. (1992) Acoustic emission as an indicator of material-removal regime in glass micro-machining. **Precision Engineering**, v.14, n.4, p.219-228.
- BIFANO, T.G.; DOW, T.A.; SCATTERGOOD, V. (1991) Ductile-Regime Grinding: A new Technology for Machining Brittle Materials. In: ASME, 113, 1991. **Journal of Engineering for Industry Transactions of the ASME**, p.184-189
- BISRAT, Y.; ROBERTS, S. G. (2000). Residual stress measurement by Hertzian indentation. **Materials Science and Engineering: A**, v.288, n.2, p.148-153.
- BOCH, P.; NIÈPCE, J.C. (2007). **Ceramic Materials: Processes, Properties, and Applications**.
- BRIDGMAN, P.W. (1947). The Effect of Hydrostatic Pressure on the Fracture of Brittle Substances. **Journal of Applied Physics**, v.18, n.2, p.246-258.
- BRIDGMAN, P.W.; SIMON, I. (1953). Effects of very High Pressures on Glass. **Journal of Applied Physics**, v.24, n.4, p.405-413.
- BRINKSMEIER, E.; RICKENS, K.; GRIMME, D. (2001). Duktiler Materialabtrag beim Schleifen sprödharter Werkstoffe. **Jahrbuch Schleifen Honen Läppen und Polieren**, v.60, p.50-67.

BRINKSMEIER, E. *et al.* (2010). Ultra-precision grinding. In: CIRP, 59, 2010. **Annals of the CIRP - Manufacturing Technology**, p.652-671

BROOK, R.J. (1990). **Concise Encyclopedia of Advanced Ceramic Materials**. Cambridge: The MIT Press. p.1-8.

BRUNO, D.M.; JASINEVICIUS, R.G.; FORTULAN, C.A. (2011). Estudo da aplicação de insertos de cerâmica avançada na usinagem de ultraprecisão em aços endurecidos. In: 6º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, 2011, Caixias do Sul. **Anais do 6º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**.

BUKVIC, G. (2011). **Usinagem a verde voltada à melhoria da distorção e acabamento superficial de cerâmicas sinterizadas**. 88f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia de Bauru, Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2011.

BUKVIC, G. *et al.* (2012). Green machining oriented to diminish density gradient for minimization of distortion in advanced ceramics. **Machining Science and Technology: An International Journal**, v.16, n.2, p.228-246.

BURKE, D.P.; RAINFORTH, W.M. (1997). Intermediate rhombohedral phase formation at the surface of sintered Y-TZP. **Journal of Materials Science Letters**, v.16, p.883-885.

BUSCH, M. (1968). **Ritz-und Verschleißuntersuchungen an spröden Werkstoffen mit einzelkornbestückten Hartstoffwerkzeugen**. PhD.Thesis – Technische Hochschule Hannover, Hannover, 1968.

CALLISTER, W.D. (2002). **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. Tradução de Sérgio M. S. Soares. 5.ed. São Paulo: LTC.

CALLISTER, W.D. (2000). **Fundamentals of Materials Science and Engineering: An Interactive e. Text**. John Wiley & Sons, Inc.

CARVALHO, R.C. (2007). **Projeto de um mini-moinho vibratório auxiliado por técnicas de metodologia de projeto**. 149f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2010.

CARVALHO, R.C.; FORTULAN, C.A. (2006). Projeto de um mini moinho vibratório auxiliado por técnicas de metodologia de projeto. **Revista Minerva**, v.3, p. 235-244.

CASELLAS, D. *et al.* (2001). On the Transformation Toughening of Y–ZrO₂ Ceramics with Mixed Y–TZP/PSZ Microstructures. **Journal of the European Ceramic Society**, v.21, n.6, p.765-677.

CERAUTO. (2011). **Reunião técnica científica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB) da Universidade Estadual Paulista (Unesp) sobre técnicas de acabamento em cerâmicas** [jul. 2011]. Entrevistador: Arthur Alves Fiocchi. Bauru.

CHAMPION. (2010). **Visita técnica as instalações de pesquisa e desenvolvimento da fabricante de velas de ignição Champion** [set. 2010]. Entrevistador: Arthur Alves Fiocchi. Toledo, OH, EUA.

CHANDRASEKAR, S.; SHAW, M.C.; BRUSHAN, B. (1987a). Comparasion of grinding and lapping of ferrites and metals. **Journal of Engineering for Industry**, v.109, p.76-82.

CHANDRASEKAR, S.; SHAW, M.C.; BRUSHAN, B. (1987b). Morphology of ground and lapped Surfaces of ferrite and metals. **Journal of Engineering for Industry**, v.109, p.83-86.

CHANG, J.C.; LANGE, F.F.; PEARSON, D.S. (1994). Viscosity and Yield Stress of Alumina Slurries Containing Large Concentrations of Electrolyte. **Journal of the American Ceramic Society**, v.77, n.1, p.19-26.

CHARLES, R.J.; HILLIG, W.B. (1962). The kinetics of glass failure by stress corrosion. In: SYMPOSIUM SUR LA RESISTANCE MECANIQUE DU VERRE ET LES MOYENS DE L'AMELIORER, 1962. **Proceedings of the Union Scientifique Continentale du Verre**. p.511-527

CHEVALIER, J.; CALES, B.; DROUIN, J.M. (1999). Low-temperature aging of Y-TZP ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v.82, n.8, p.2150-2154.

CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L.; DEVILLE, S. (2007). Low-temperature degradation of zirconia and implications for biomedical implants. **Annual Review of Materials Research**, v.37, p.1-32.

CHIAVERINI, V. (2002). **Aços e ferros fundidos**. 7.ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais – ABM.

CHOU, K.S.; LEE, L.J. (1989). Effect of Dispersants on the Rheological Properties and Slip Casting of Concentrated Alumina Slurry. **Journal of the American Ceramic Society**, v.72, n.9, p.1622-1627.

CHRASKA, T.; KING, A.H.; BERNDT, C.C. (2000). On the size-dependent phase transformation in nanoparticulate zirconia. **Materials Science and Engineering A**, n.286, p.169-178.

CIENTIFICA. (2008). **The Nanotechnology Opportunity Report**. London: Cientifica Ltd. Executive Summary.

CLARKE D.R.; ADAR F. (1982). Measurement of the Crystallographically Transformed Zone Produced by Fracture in Ceramics Containing Tetragonal Zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.65. n.6, p.284-288.

COELHO, R.T. (1991). **Estudo Experimental da Profundidade de Dressagem de Rebolos na Retificação de Precisão usando Método do Disco Retificado**. 94f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1991.

COLOMBO, P. (1993). Casting – comparing different technologies. **Industrial Ceramics**, v.13, n.2, p.88-89.

CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA. 2012. Informe Conjuntural, Informativo da Confederação Nacional da Indústria. Ano 28, n.4, dezembro.

COSTA, H.L.; PANDOLFELLI, V.C.; De MELLO, J.D.B. (1997). On the abrasive wear of zirconias. **WEAR**, v. 203, p. 626-636.

CRUZ, J.H.D. (2009). **Proposta de uma máquina para processo de abrasão baseado na combinação de algumas características da lapidação e retificação**. 104f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia de Bauru, Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2009.

DANYLUK, S. (1986). Smoother Scribing of Silicon Wafers. In: NASA TECHNICAL BRIEFS, 1986. p.9-10.

DAVIDGE, R.W. (1978). **Fracture Mechanics of Ceramics**. New York: Plenum Press. p.447-468.

DESFONTAINES, M. *et al.* (2004). Characterisation of the green machinability of AlN powder compacts. **Journal of the European Ceramic Society**, v.25, p.781-791.

DESIGNER'S GUIDE to high precision machining of hard materials. (2013). Quakertown: INSACO. Disponível em: <<http://www.insaco.com/misc/brochure07hi.pdf>>. Acesso em: 07 maio.2013.

DEUTSCHES INSTITUT FÜR NORMUNG (2002). DIN 8589-11: **Fertigungsverfahren Spanen; Schleifen mit rotierendem Werkzeug; Einordnung, Unterteilung, Begriffe**. Berlin.

DEVILLE, S.; CHEVALIER, J. (2003). Martensitic relief observation by atomic force microscopy in yttria-stabilized zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.86, n.12, p.2225-2227.

DEVILLE, S.; CHEVALIER, J.; GREMILLARD, L. (2006). Influence of surface finish and residual stresses on the ageing sensitivity of biomedical grade zirconia. **Biomaterials**, v.27, n.10, p.2186-2192.

DEVILLE, S.; GUÉNIN, G.; CHEVALIER, J. (2004a). Martensitic transformation in zirconia. Part I. Nanometer scale prediction and measurement of transformation induced relief. **Acta Materialia**, v.52, n.19, p.5697-5707.

DEVILLE, S.; GUÉNIN, G.; CHEVALIER, J. (2004b). Martensitic transformation in zirconia. Part II. Martensitic growth. **Acta Materialia**, v.52, n.19, p.5709-5721.

DHARA, S.; SU, B. (2005). Green Machining to Net Shape Alumina Ceramics Prepared Using Different Processing Routes. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v.2, n.3, p.262-270.

DIN 8589-11. (2003). Manufacturing processes chip removal - Part 11: Grinding with rotating tool; Classification, subdivision, terms and definitions. Deutsches Institut Fur Normung.

DIN 8589-15. (2003). Manufacturing processes chip removal - Part 15: Lapping; Classification, subdivision, terms and definitions. Deutsches Institut Fur Normung.

DISCO CORPORATION. (2012). Disponível em: <http://www.disco.co.jp/eg/products/grinder/8000_g.html>. Acesso em: 11 set.2012.

DISCO CORPORATION. (2013a). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dfm2700.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DISCO CORPORATION. (2013b). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dfm2800.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DISCO CORPORATION. (2013c). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dfg8540.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DISCO CORPORATION. (2013d). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dfg8830.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DISCO CORPORATION. (2013e). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dfp8140.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DISCO CORPORATION. (2013f). Disponível em:
<<http://www.disco.co.jp/eg/products/catalog/pdf/dgp8761.pdf>>. Acesso em: 14 mai.2013.

DIXIT, U.S.; SARMA, D.K.; DAVIM, J.P. (2012). Environmentally Friendly Machining, Springer Briefs in Applied Sciences and Technology, Springer Science+Business Media, LLC, p.14-15.

DOMAN, D. A.; WARKENTIN, A.; BAUER R. (2006). A survey of recent grinding wheel topography models. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.46, p.343-352.

DORN, M.T.; NICKEL, K.G. (2004). Zirconia Ceramics: Phase Transitions and Raman Microspectroscopy. p.467-520. In: High-pressure surface science and engineering, Edited by Y. Gogotsi, and V. Domnich. IOP Publishing Ltd, London, 2004.

DORNFELD, D.; MIN, S.; TAKEUCHI, Y. (2006). Recent Advances in Mechanical Micromachining. In: CIRP, 55, 2006. **Annals of the CIRP – Manufacturing Technology**, p.745-768.

EL-WARDANY, T. *et al.* (2009). Optimum process parameters to produce green ceramic complex parts. In: CIRP, 58, 2009. **Annals of the CIRP – Manufacturing Technology**, p.109-112.

EVANS, A.G. (1979). Fracture Toughness: The Role of Indentation Techniques. Fracture Mechanics Applied to Brittle Materials, ASTM STP 678. S.W. Freiman, Ed. American Society for Testing and Materials, pp. 112-135.

EVANS, C.J. *et al.* (2003). Material removal mechanisms in lapping and polishing. In: CIRP, 52, 2003. **Annals of the CIRP - Manufacturing Technology**, p.611-633.

EVERSHEIM, W.; SCHUH, G. (1996). **Betriebshütte: Produktion und Management**. New York: Springer-Verlag.

FATHIMA, K. *et al.* (2010). A knowledge based feed-back control system for precision ELID grinding. **Precision Engineering**, v.34, n.1, p.124-132.

FATHIMA, K. *et al.* (2003). A study on wear mechanism and wear reduction strategies in grinding wheels used for ELID grinding. **Wear**, v.254, n.12, p.1247-1255.

FERREIRA *et al.* (2011). Compositional and microstructural effects in composite electrolytes for fuel cells. **International Journal of Energy Research**, v.35, n.12, p.1090-1099.

FINE, K.R. *et al.* (2006). Subsurface damage is measured nondestructively. **Laser Focus World**, v.42, p.131-134.

FIOCCHI, A.A. (2010). **Avanços no desenvolvimento de um processo de acabamento para peças planas submetidas à cinemática de lapidação sobre um rebolo dressado com grau de recobrimento**. 143f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia de Bauru, Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2010.

FIOCCHI, A.A.; SANCHEZ, L.E.A. (2011). Avanços no desenvolvimento da lapidoretificação. In: 6º CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 2011, **Anais do 6º Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação**, p.1-10.

FIOCCHI, A.A. *et al.* (2011). Investigation on surface finishing of components ground with lapping kinematics: lapgrinding process. **13th CIRP Conference on Modeling of Machining Operations** (CIRP CMMO), Annals of the CIRP.

FIOCCHI, A.A.; SANCHEZ, L.E.A.; OLIVEIRA, J.F.G.; MARINESCU, I.D. (2011). Investigation on surface finishing of components ground with lapping kinematics: lapgrinding process. **Advanced Materials Research**, v.223, p.879-887

FISCHER, T.E.; ANDERSON, M.P.; JAHANMIR, S. (1989). Influence of fracture toughness on the wear resistance of yttria-doped zirconium oxide. **Journal of the American Ceramic Society**, v.72, n.2, p.252-257.

FOELLINGER, H. (1985). Optimum parameters for dressing process of conventional grinding. In: **SUPERABRASIVES'85**. Chicago. p.8.22-8.37.

FORTULAN, C.A. (2010). Notas de aula da disciplina Materiais de Engenharia do curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Escola de Engenharia de São Carlos (EESC-USP).

FORTULAN, C.A. (1999). **Compósito alumina-zircônia: obtenção através de conformação coloidal e caracterização microestrutural**. São Carlos: Universidade Federal de São Carlos (UFScar) – Departamento de Engenharia de Materiais (DEMA), Laboratório de Preparação e Caracterização Elétrica e Microestrutural de Cerâmicas (LAPCEC). Relatório de Pós-Doutorado.

FORTULAN, C.A. (1997). **Desempenho das cerâmicas estruturais associado aos métodos de conformação por injeção, prensagem isostática e projetos de equipamentos e moldes**. Tese (Doutorado). Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1997.

FORTULAN, C.A.; PURQUERIO, B.M. (1998). The influence of methods of injection moulding and isostatic pressing on structural ceramics performance. **Cerâmica**, v.44, n.289, p.183-188.

FOSCHINI, C.R. (2012). **Reunião técnica científica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB) da Universidade Estadual Paulista (Unesp)** [out. 2012]. Entrevistador: Arthur Alves Fiocchi. Bauru.

FUNCK, A. (1994). **Planschleifen mit Läppkinematik**. 174f. Dissertation – Technische Universität Berlin, Berlin, 1994.

GAHR, K.H.Z. (1987). **Microstructure and Wear of Materials**: Tribology Series. Amsterdam: Elsevier Science Publishers.

GARVIE, R.C.; GOSS, M.F. (1986). Intrinsic size dependence of the phase transformation temperature in zirconia microcrystals. **Journal of Materials Science**, v.21, p.1253-1257.

GARVIE, R.C.; NICHOLSON, P.S. (1972). Phase Analysis in Zirconia Systems. **Journal of the American Ceramic Society**, v.55, n.61, p.303-305.

GARVIE, R.C.; HANNINK, R.H.; PASCOE, R.T. (1975). Ceramic steel? **Nature**, v.258, p.703-704.

GATZEN, H.H. (2000). Rigid disk slider micromachining challenges to meet microtribology needs. **Tribology International**, v.33, p.337-342.

GATZEN, H.H.; BECK, M. (2003). Tribological investigation on micromachined silicon sliders. **Tribology International**, v.36, p.279-283.

GATZEN, H.H.; MAETZIG, J.C. (1997). Nanogrinding. **Precision Engineering**, v.21, p.134-139.

GATZEN, H.H.; MAETZIG, J.C.; SCHWABE, M. (1996). Precision machining of rigid disk head sliders. **IEEE Transactions on Magnetics**, v.32, n.3, p.1843-1849.

GERMAN, R.M. (1996). Sintering Theory and Practice, Wiley-Interscience, New York, 558p.

GERMAN, R.M. (1987). Theory of Thermal Debinding. **International Journal of Powder Metallurgy**, v.23, n.4, p.237-245.

GOMES, F. *et al.* (2011). Effect of melting pressure and superheating on chemical composition and contamination of yttria-coated ceramic crucible induction melted titanium alloys. **Journal of Materials Science**, v.46, n.14, p.4922-4936.

GRIFFITH, A.A. (1920). The phenomena of rupture and flow in solids. **Philos. Transaction of the Royal Society. London, Ser. A** 221: p.163-198.

GUO, S.; TODD, R.I. (2010). Cr³⁺ microspectroscopy measurements and modelling of local variations in surface grinding stresses in polycrystalline alumina. **Journal of the European Ceramic Society**, v.30, p.2533-2545.

GUO, S.; TODD, R.I. (2011). Quantitative optical fluorescence microprobe measurements of stresses around indentations in Al₂O₃ and Al₂O₃/SiC nanocomposites: The influence of depth resolution and specimen translucency. **Acta Materialia**, v.59, p.2637-2647.

- GUPTA, T.K.; LANGE, F.F.; BECHTOLD, J.H. (1978). Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase. **Journal of Materials Science**, v.13, n.7, p.1464-1470.
- HASEGAWA, H. *et al.* (1983). Rhombohedral Phase Produced in Abraded Surfaces of Partially Stabilized Zirconia (PSZ). **Journal of Materials Science Letters**, v.2, p.91-93.
- HAUSWURZ, K. (1994). Pressure casting in sanitaryware production – trend-setter for structural change. **Interceram**, v.43, n.3, p.174-176.
- HEUER A.H.; HOBBS L.W. (1981). **Science and Technology of Zirconia**: Advances in Ceramics. Westerville: American Ceramic Society.
- HITCHINER, M.; WILLEY, B.; ARDELT, T. (2001). Developments in flat grinding with superabrasives. In: Conference Proceedings, 2001, Oak Brook. **Proceedings of the Precision Grinding and Finishing in the Global Economy**.
- HOOPER, R.M.; MORGAN, J.E. (1989). Wear processes in the diamond grinding of zirconia ceramics. **Wear**, v.130, n.2, p.353-356.
- HOTTA, Y. *et al.* (2009). Fabrication of stable Al₂O₃ slurries and dense green bodies using soft-energy milling process. **Journal of the European Ceramic Society**, v.29, n.5, p.869-874.
- HUANG, H. (2003). Machining characteristics and surface integrity of yttria stabilized tetragonal zirconia in high speed deep grinding. **Materials Science and Engineering: A**, v.345, n.1-2, p.155-163.
- INFORMAÇÕES TÉCNICAS - Definição e Classificação. Associação Brasileira de Cerâmica. Disponível em: <<http://www.abceram.org.br/site/index.php?area=4>>. Acesso em: 15 jun.2012.
- INGLIS, C.E. (1913). Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. In: SPRING MEETINGS OF THE 54° SESSION OF THE INSTITUTION OF NAVAL ARCHITECTS, v.55, 1913, Cambridge. p.219-241.
- ITOH, N.; OHMORI, H. (1996). Grinding characteristics of hard and brittle materials by fine grain lapping wheels with ELID. **Journal of Materials Processing Technology**, v.62, p.315-320.

ITOH, N.; OHMORI, H. (1996). Finishing characteristics of ELID-lap grinding using ultra fine grain lapping wheel. **International Journal of the Japan Society for Precision Engineering**, v.30, n.4, p.305-310.

JAFFE, H.W. (1988). **Introduction to Crystal Chemistry**. Cambridge: Cambridge University Press.

JAHANMIR, S.; RAMULU, M.; KOSHY, P. (1999). **Machining of ceramics and composites** (Manufacturing Engineering and Materials Processing). New York: Marcel Dekker Inc.

JANSSEN, R.; SCHEPPOKAT, S.; CLAUSSEN, N. (2008). Tailor-made ceramic-based components – Advantages by reactive processing and advanced shaping techniques. **Journal of the European Ceramic Society**, v.28, n.7, p.1369-1379.

JIANDONG, Y.; CHUNLIN, T.; CHANGXING, W. (2007). Nanometer lapping technology at high speed. **Science in China Series E: Technological Sciences**, v.50, n.1, p.27-38.

JILLAVENKATESA, A.; DAPKUNAS, S.J.; LUM, L.H. NATIONAL INSTITUTE OF STANDARDS AND TECHNOLOGY (2001). NIST Recommended Practice Guide Special Publication 960-1 Particle Size Characterization.

JUY, A.; ANGLADA, M. (2007). Surface phase transformation during grinding of Y-TZP. **Journal of the American Ceramic Society**, v.90, n.8, p.2618-2621.

KALATEC AUTOMAÇÃO. Fonte KTC PSK-3: catálogo. Campinas. Disponível em: <http://kalatec.com.br/fontes/PSK03_LINEAR72V500W1AA.pdf>. Acessado em: 18 fev. 2013 as 15:45h.

KALATEC AUTOMAÇÃO. Motores de passo. website. Disponível em: <www.kalatec.com.br/index.php/produtos/motores-e-drivers/motores-de-passo.html>. Acessado em: 23 abr. 2012 as 11:40h.

KALISZER, H.; TRMAL, G. (1976). Effect of dressing upon the grinding performance. In: CIRP, 35, 1976. **Annals of the CIRP**, p.541-544.

KAO, H. *et al.* (2000). Surface Machining of Fine Grain Y-TZP. **Journal of the European Ceramic society**, p.2447-2455.

KARIHALOO, B.L.; ANDREASEN, J.H. (1996). Mechanics of transformation toughening and related topics. ed. Elsevier Science B.B., Netherlands, 526p, 1996.

KÁRMÁN, T.V. (1911). Festigkeitsversuche unter allseitigem Druck. **Zeitschrift des Vereins deutscher Ingenieure**, v.55, n.42, p.1749-1757.

KATAGIRI, G. *et al.* (1988). Direct determination by raman microprobe of the transformation zone size in Y_2O_3 containing tetragonal ZrO_2 polycrystals. In: Science and Technology of Zirconia III, 1988. **American Ceramic Society**, p.537-544.

KEEG, R.L. (1983). Industrial problems in grinding. In: CIRP, 32, 1983. **Annals of the CIRP**, p.559-561.

KIM, B.; HAHN, J.; HAN, K.R. (1997). Quantitative phase analysis in tetragonal-rich tetragonal/monoclinic two phase zirconia by Raman spectroscopy. **Journal of Materials Science Letters**, v.16, n.8, p.669-671.

KIM, W.; SAITO, F. (2000). Effect of grinding on synthesis of $MgAl_2O_4$ spinel from a powder mixture of $Mg(OH)_2$ and $Al(OH)_3$. **Powder Technology**, v.113, n.1-2, p.109-113.

KINGERY, W.D.; BOWEN, H.K.; UHLMANN, D.R. (1976). **Introduction to Ceramics**. 2.ed. John Wiley and Sons, Inc. 1976.

KITAYAMA, M.; PASK, J.A. (1996). Formation and Control of Agglomerates in Alumina Powder. **Journal of the American Ceramic Society**, v.79, n.8, p.2003-2011.

KITANO, Y. *et al.* (1988). Rhombohedral phase in Y_2O_3 partially stabilized ZrO_2 . **Journal of the American Ceramic Society**, v.71, n.1, p.C34-C36.

KLINK, A. (2009). **Funkenerosives und elektrochemisches Abrichten feinkörniger Schleifwerkzeuge**. PhD Thesis – Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Aachen, 2009.

KLOCKE, F.; GERENT, O.; SCHIPPERS, C. (1997). Machining of advanced ceramics in the green state. In: Ceramic Forum International, 74, 1997. p.288-290.

KOBAYASHI, K.; KUWAJIMA, H.; MASAKI, T. (1981). Phase change and mechanical properties of ZrO_2 - Y_2O_3 solid electrolyte after ageing. **Solid State Ionics**, v.3-4, p.489-493.

KOCH, N. (1992). Duktile Bearbeitung optischer Gläser zur Herstellung asphärischer optischer Linsen. **Industrial Diamond Review IDR**, v.2, p.118-126.

KOMANDURI, R.; LUCCA, D.A.; TANI, Y. (1997). Technological Advances in Fine Abrasive Processes. In: CIRP, 46, 1997. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.545-596.

KÖNIG, W. (1980). Tecnologia da fabricação – Retificação brunimento e lapidação. Tradução de Walter Lindolfo Weingaertner.

KÖNIG, W.; KLOCKE, F. (1996). **Fertigungsverfahren 2: Schleifen, Honen, Läppen**. Düsseldorf: VDI Verlag GmbH.

KÖNIG W.; MESSER J. (1980). Dressing conventional grinding wheels with polycrystalline diamond (in German). **Industrie-Anzeiger**, n.102, p.35-38.

KÖNIG, W. *et al.* (1991). **Diamond Machining Technology**. Aachen, Fraunhofer – Institute für Produktionstechnologie (IPT), 1991.

KOSMAC, T. *et al.* (1999). The effect of surface grinding and sandblasting on flexural strength and reliability of Y-TZP zirconia ceramic. **Dental Materials**, v.15, p.426-433.

KLOPFSTEIN, M. J.; LUCCA, D.A. (2011). Recent Assessment of Surface Integrity Resulting from Fine Finishing Processes. In: 1st CIRP Conference on Surface Integrity (CSI), 2011. **Procedia Engineering**, v.19, p.209-221.

LAI, L.J. *et al.* (2005). Photoluminescence of zirconia films with VUV excitation. **Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena**, v.144-147, p.865-868.

LANGE, F.F. (2001). Shape forming of ceramic powders by manipulating the interparticle pair potential. **Chemical Engineering Science**, v.56, n.9, p.3011-3020.

LANGE, F.F. (1982). Transformation toughening – Part 1. Size effects associated with the thermodynamics of constrained transformations. **Journal of Materials Science**, v.17, n.1, p.225-234.

LEE, S.Y. (2004). Sintering behavior and mechanical properties of injection-molded zirconia powder. **Ceramics International**, v.30, n.4, p.579-584.

LEE, D.E. *et al.* (2006). Precision manufacturing process monitoring with acoustic emission. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.46, n.2, p.176-188.

LI, J. *et al.* (2001). Degradation of yttria stabilized zirconia at 370 K under a low applied stress. **Materials Science and Engineering: A**, v.297, n.1-2, p.26-30.

LICHTENBERGER, H. (1954). **Die Spanmengenleistung beim Läppen ebener metallischer Werkstücke**. Dissertation – TH Hannover, Hannover, 1954.

LILLEY, E. (1990). Review of Low Temperature Degradation in Y-TZPs. **Corrosion and Corrosive Degradation of Ceramics**, v.10, p.387-407.

LIM, H.S. *et al.* (2002). A fundamental study on the mechanism of electrolytic in-process dressing (ELID) grinding. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v.42, n.8, p.935-943.

LIM, C.S. *et al.* (1992). In-situ measurement of the stress-induced phase transformation in magnesia-partially-stabilized zirconia using raman spectroscopy. **Journal of the American Ceramic Society**, v.75, n.6, p.1570-1573.

LINKE, B. (2008). Dressing process model for vitrified bonded grinding wheels. In: CIRP, 57, 2008. **Annals of the CIRP - Manufacturing Technology**, p.345-348.

LIU, C. *et al.* (1999). Development and characteristics of fixed abrasive polishing utilizing small grinding tools with ELID for aspheric optical surfaces. **Abrasive Technology – Current Development and Applications I**, v.25, p.147-153.

LIU, Z. *et al.* (2010). High performance solid oxide fuel cells based on tri-layer yttria-stabilized zirconia by low temperature sintering process. **Journal of Power Sources**, v.195, n.21, p.7230-7233.

LUCCA, D.A.; BRINKSMEIER, E.; GOCH, G. (1998). Progress in assessing surface and subsurface integrity. In: CIRP, 47, 1998. **Annals of the CIRP**, p.669-693.

MACKENSEN, V. *et al.* (1997). Fine grinding with diamond and CBN. **Industrial Diamond Review IDR**, n.2, p.40-43.

MACKENZIE, J.K. (1950). The elastic constants of a solid containing spherical holes. **Proceedings of the Physical Society**, v.63, n.1.

MAIER, H.R.; MICHAELI, N. (1997). Green machining of alumina. **Key Engineering Materials**, v. 132-136, p.436-439.

MALKIN, S. (1989). **Grinding technology. Theory and applications of machining with abrasives**. 1.ed. Chichester: Ellis Norwood Ltd.

MALKIN, S.; GUO, C. (2008). **Grinding technology: theory and application of machining with abrasives**. 2.ed. New York: Industrial Press Inc.

MANUAL STR 4 & STR 8 Step Motor Drives. (2010). Applied Motion Products. Disponível em: < http://www.kalatec.com.br/driver_para_motor_de_passo/STR_Hardware_Manual.pdf>. Acesso em: 16 set.2012.

MARCOMINI, R.F.; SOUZA, D.M.P.F. (2011). Caracterização microestrutural de materiais cerâmicos utilizando o programa de processamento digital de imagens Image J. **Cerâmica**, v.57, p.100-105.

MARGARIDO, A. (2011). **Estudo da influência da força de corte da usinagem a verde nas propriedades mecânicas de cerâmicas sinterizadas**. 115f. Dissertação (Mestrado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2011.

MARINELLI FILHO, N.; COELHO, R.T.; OLIVEIRA, J.F.G. (1999). Analysis of dressing performance using single crystal diamond dressers. **Industrial Diamond Review IDR**, v.59, p.133-142.

MARINESCU, I.D. (2011). **Reunião técnica científica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB) da Universidade Estadual Paulista (Unesp)**. [set. 2011]. Entrevistador: Arthur Alves Fiocchi. Baruru, São Paulo, Brasil.

MARINESCU, I.D. (2010). **Reunião técnica científica no Precision-Micro Machining Center da Universidade de Toledo (UT), Toledo, OH, EUA**. [set. 2010]. Entrevistador: Arthur Alves Fiocchi. Toledo, OH, EUA.

MARINESCU, I. D. *et al.* (2007). **Handbook of Machining with Grinding Wheels**. Wakefield: CRC Press.

MARINESCU, I.D. *et al.* (2004). **Tribology of Abrasive Machining Processes**. 1.ed. New York: William Andrew Publishing.

MARSH, D.M. (1964). Plastic Flow in Glass. **Proceedings of the Royal Society of London A – Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v.279, p.420-435.

MARSHALL, D.B.; LAWN, B.R.; COOK, R.F. (1987) Microstructural Effects on Grinding of Alumina and Glass-Ceramics. **Journal of the American Ceramic Society**, v.70, n.6, p.c-139–c-140.

MATSUI, S.; TAMAKI, J. (1986). Effect of Dresser Type on the Surface Topography of Grinding Wheel. **Bulletin of the Japan Society for Precision Engineering**, v.20, n.2, p.135-137.

MEHTA, K.; JUE, J.F.; VIRKAR, A.V. (1990). Grinding-induced texture in ferroelastic tetragonal zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.73, n.6, p.1777-1779.

MITRA, N, *et al.* (1993). Phase transformation introduced by light mechanical and chemical surface preparation of Tetragonal Zirconia Polycrystals. **Journal of the American Ceramic Society**, v.76, n.2, p.533.

MIYASHITA, M. (1985). 1st Annual Precision Engineering Conference, North Carolina State University, Raleigh, USA.

MIYOSHI K. (2002). Surface characterization techniques: An overview. NASA Technical Report TM-2002-211497.

MOLLY, P.; SCHINKER, M.G.; DOELL, W. (1987). Brittle fracture mechanisms in single point glass abrasion. In: SPIE, 802, 1987. **Proceedings of the SPIE**, p.81-88.

MOORE, B. (1993). Porous plastic moldes for casting and pressing. **Ceramic Engineering Science Proceedings**, n.14, p.11-14.

NAKANO, T.; TOUGE, M.; WATANABE, J. (2008). Study of mirror finishing of PCD by constant-pressure dry. **Journal of The Japan Society for Abrasive Technology**, v.52, n.7, p.400.

NAMBA, Y.; ABE, M.; KOBAYASHI, A. (1993). Ultraprecision grinding of optical glasses to produce super-smooth surfaces. In: CIRP, 42, 1993. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.417-420.

NAVARRO, L.C.R. (2006). **Estudo da sinterização reativa da mulita e mulita/alumina em forno de micro-ondas**. 141f. Dissertação (Mestrado), Universidade Federal de São Carlos - UFSCar, São Carlos, 2006.

NEAUPOUR, J. *et al.* (2009). Imaging subsurface damage of grinded fused silica optics by confocal fluorescence microscopy. **Optics Express**, v.17, p.3543-3554.

NETTLESHIP, I.; STEVENS, R. (1987). Tetragonal zircônia polycrystal (TZP) - A review. **International Journal of High Technology**, v.3, n.1, p.1-32.

NGOI, B.K.A.; SREEJITH, P.S. (2000). Ductile Regime Finish Machining – A Review. **The International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v.16, n.8, p.547-550.

O'BANNON, L.S. (1984). **Dictionary of Ceramic Science and Engineering**. Plenum Press.

OHMORI, H. (2011). Ultrafine processing technology continues its evolution. Download de www.rikenresearch.riken.jp/eng/frontline/6879.

OHMORI, H. (2002). State of the Art in ELID Assisted Grinding – Suitability for Different Material. In: ELID workshop at the Fraunhofer IPT, 2002, Aachen.

OHMORI, H.; NAKAGAWA, T. (1995) Analysis of Mirror Surface Generation of Hard and Brittle Materials by ELID (Electrolytic In-Process Dressing) Grinding with Superfine Grain Metallic Bond Wheels. In: CIRP, 44, 1995. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.287-290.

OHMORI, H.; MARINESCU, I.D.; KATAHIRA, K. (2011). **Electrolytic In-Process Dressing (ELID) Technologies: Fundamentals and Applications**. 1.ed. CRC Press.

OHMORI, H. *et al.* (2003). ELID-grinding of microtool and applications to fabrication of microcomponents. **International Journal of Materials and Product Technology**, v.18, n.4-5-6, p.498-508.

OHMORI, H. *et al.* (2002). ELID-Grinding of Microtool and Applications to Fabrication of Microcomponents. **International Journal of Nanotechnology**, v.41, n.2, p.193-204.

OHMORI, H. *et al.* (2001). Ultraprecision Micro-Grinding of Germanium Immersion Grating Element for Mid-infrared Super Dispersion Spectrograph. In: CIRP, 50, 2001. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.221-224.

OLIVEIRA, J.F.G. (1988). **Análise da ação do macroefeito de dressagem de rebolos no desempenho do processo de retificação**. 271f. Tese (Doutorado) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 1988.

OLIVEIRA, J.F.G. (1989). **Tópicos avançados sobre o processo de retificação. Publicação 048/89 da Escola de Engenharia de São Carlos**.

OLIVEIRA, J.F.G.; DORNFELD, D.A. (2001). Application of AE Contact Sensing in Reliable Grinding Monitoring. In: CIRP, 50, 2001. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.217-220.

OLIVEIRA, J.F.G.; DORNFELD, D.A. (1994). Dimensional characterization of grinding wheel through acoustic emission. In: CIRP, 43, 1994. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.291-294.

OLIVEIRA, J.F.G.; BOTTENE, A.C.; FRANÇA, T.V. (2010). A novel dressing technique for texturing of ground surfaces. In: CIRP, 59, 2010. **Cirp Annals - Manufacturing Technology**, p.361-364.

ORTMANN, C. *et al.* (2012). Preparation and characterization of ZTA bioceramics with and without gradient in composition. **Journal of the European Ceramic Society**, v.32, n.4, p.777-785.

PADTURE, N.P. *et al.* (1995). Enhanced machinability of a silicon carbide via microstructure design. **Journal of the American Ceramic Society**, v.78, n.1, p.215-217.

PAHL, G. *et al.* (2007). **Engineering Design – A systematic Approach**. Springer. 3rd Edition.

PEREZ-UNZUETA, A.J.; BEYNON, J.H.; GEE, M.G. (1991). Effects of surrounding atmosphere on the wear of sintered alumina. **Wear**, v.146, n.1, p.179-196.

PEZZOTTI, G.; PORPORATI, A.A. (2004). Raman spectroscopic analysis of phase-transformation and stress patterns in zirconia hip joints. **Journal of Biomedical Optics**, v.9, n.2, p.372-384.

PINWILL, I.E.; EDIRISINGHE, M.J.; BEVIS, M.J. (1992). Development of temperature-heating rate diagrams for the pyrolytic removal of binder used for powder injection molding. **Journal of Materials Science**, v.27, n.16, p.4381-4388.

- PORTER, D.L.; HEUER, A.H. (1979). Microstructural development in MgO-partially stabilized zirconia (Mg-PSZ). **Journal of the American Ceramic Society**, v.62, n.5-6, p.298-305.
- PRICKEN, W. (1999). Dressing of vitrified bond wheels with CVDRESS and MONODRESS. **Industrial Diamond Review IDR**, v.3, n.99, p.225-231.
- RAEDER, H. *et al.* (1994). Tape casting of zirconia for ion conducting membranes: A study of dispersants. **Journal of the European Ceramic Society**, v.13, n.6, p.485-491.
- RAHAMAN, M.N. (2005). **Ceramic Processing and Sintering** (Materials Engineering). New York: Marcel Dekker, Inc.
- RAHMAN, M.; SENTIL KUMAR, A.; BISWAS, I. (2009). A Review of Electrolytic In-Process Dressing (ELID) Grinding. **Key Engineering Materials**, v.404, p.45-59.
- RAMAKRISHNAN, V.; PRADIP; MALGHAN, G. S. (1996). Yield stress of alumina-zirconia suspensions. **Journal of the American Ceramic Society**, v.79, n.10, p.2567-2576.
- REED, J.S. (1995). **Principles of Ceramic Processing**. 2.ed. Nova York: John Wiley.
- REHBINDER, P.A.; SHCHUKIN, E.D. (1972). Surface phenomena in solids during deformation and fracture processes. **Progress in Surface Science**, v.3, n.2, p.97-104.
- RICHERSON, D.W. (1992). **Modern ceramic engineering, Properties, processing and use in design**. New York: Ed. Marcel Dekker, Inc.
- ROBERT-PERRON, E. *et al.* (2005). An integrated approach to the characterization of powder metallurgy components performance during green machining. **Materials Science and Engineering: A**, v.402, n.1-2, p.325-334.
- RYSHKEWITCH, E. (1953). Compression strength of porous sintered alumina and zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.36, n.2, p.65-68.
- SAKAI, M. (1988). Fracture mechanics of refractory materials. **Taikabutsu Overseas**, v.8, n.2, p.4-12.

SAKKA, S.; MACKENZIE, J.D. (1969). High pressure effects on glass. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v.1, n.2, p.107-142.

SALJÉ, E.; PAULMANN, R. (1988). Relations between abrasive process. In: CIRP, 37., 1988. **Annals of the CIRP**, p.641-648.

SANCHEZ, L.E.A.; XU JUN, N.Z.; FIOCCHI, A.A. (2011). Surface finishing of flat pieces when submitted to lapping kinematics on abrasive disc dressed under several overlap factors. **Precision Engineering**, v.35, n.2, p.355-363.

SANCHEZ, L.E.A.; LOSNAK, C.; PEREZ, F.R.C. (1999). Comportamento da taxa de remoção e acabamento superficial na lapidação plana sob diferentes parâmetros do processo. In: XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, 1999, Águas de Lindóia. **Anais do XV Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica**. Águas de Lindóia. CD-ROM.

SATO, H. *et al.* (2008). Mechanical properties of dental zirconia ceramics changed with sandblasting and heat treatment. **Dental Materials Journal**. v.27, n.3, p.408-414.

SATO, T.; BESSHI, T.; MATSUI, M. (1998). A new near net-shape forming process for alumina. **Journal of Materials Processing Technology**, v.79, n.1-3, p.125-132.

SCHELLER, W.L. (1994). Conventional Machining of Green Aluminum/Aluminum Nitride Ceramics. **The Ohio Journal of Science**, v.94, n.5, p.151-154.

SCHMAUDER, S.; SCHUBERT, H. (1986). Significance of internal stresses for the martensitic transformation in yttria-stabilized tetragonal zirconia polycrystals during degradation. **Journal of the American Ceramic Society**, v.69, n.7, p.534-40.

SCHUBERT, H.; FREY, F. (2005). Stability of Y-TZP during hydrothermal treatment: Neutron experiments and stability considerations. **Journal of the European Ceramic Society**, v.25, n.9, p.1597-1602.

SCOTT, H.G. (1975). Phase relationships in the zirconia-yttria system. **Journal of Materials Science**, v.10, n.9, p.1527-1535.

SEIDEL, J.; CLAUSSEN, N.; RÖDEL, J. (1996). Reliability of Alumina Ceramics 2: Effect of Processing. **Journal of the European Ceramic Society**, v.17, p.727-733.

SHACKELFORD, J.F. (2008). **Introduction to Materials Science for Engineers**. 7.ed. New Jersey.

SHAW, M.C. (1996). **Principles of Abrasive Processing**. Oxford: Clarendon Press.

SHAW, M.C. (1995). Precision Finishing. In: CIRP, 44, 1995. **CIRP Annals – Manufacturing Technology**, p.343-348.

SHEPPARD, L.M. (1999). Green machining: tools and considerations for machining unfired ceramic parts. **Ceramic Industry**, v.149, n.6, p.65-77.

SHENG GUO; TODD, R.I. (2011). Quantitative optical fluorescence microprobe measurements of stresses around indentations in Al_2O_3 and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ nanocomposites: The influence of depth resolution and specimen translucency. **Acta Materialia**, v.59, p.2637-2647.

SIKALIDIS, C. (2011). **Advances in Ceramics**: characterization, raw materials, processing, properties, degradation and healing. Croatia: InTech.

SILVA, A.L.V.C.; MEI, P.R. (2010). **Aços e Ligas Especiais**. 3.ed. São Paulo: Editora Blucher.

SIMPFENDÖRFER, D. (1988). **Entwicklung und Verifizierung eines Prozeßmodelles beim Planlappen mit Zwangsführung**. Dissertation – Technische Universität Berlin, Berlin, 1988.

SINHOFF, V.R. (1997). **Feinbearbeitung optischer Gläser in der Kleinserie**. PhD Thesis – Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen, Aachen, 1997.

SLOCUM, A.H. (1992). **Precision Machine Design**. Prentice Hall.

SPUR, G.; EICHHORN, H. (1997). Kinematisches Simulationsmodell des Läppscheibenverschleisses. **Industrial Diamond Review IDR**, v.31, n.2, p.169-178.

SPUR, G.; SABOTKA, J. (1991). Mecanismos de remoção de material no polimento de cerâmicas. **Revistas Máquinas e Metais**, p.32-41.

SPUR, G.; STÖFERLE, T. (1980). **Handbuch der Fertigungstechnik** – 3/Spanen. München: Hanser-Verlag.

STÄHLI, A.W. (2000). Flat honing with diamond or CBN discs. **Industrial Diamond Review IDR**, n.1, p.9-13.

STÄHLI, A.W. (1998). **The technique of lapping**. Pieterlen: Technical Editorial of The A.W. STÄHLI.

SUBBARAO, E.C. (1981). Zirconia - An overview. **Advances in Ceramics**, v.3, p.1-4.

SUN, C.T.; JIN, Z.H. (2012). **The Elastic Stress Field around a Crack Tip, Fracture Mechanics**. Boston: Academic Press. p.25-75.

SURYANARAYANA, C. (2001). Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, v.46, n.1-2, p.1-184.

SUZUKI, K.; UEMATSU, T.; NAKAGAWA, T. (1987). On-machine trueing/dressing of metal bond grinding wheels by electro-discharge machining. In: CIRP, 36, 1987. **CIRP Annals – Manufacturing Technology**, p.115-118.

SWAIN, M.V. (1979). Microfracture about Scratches in Brittle Solids. **Proceedings of the Royal Society**. Serie A, v.366, p.575-597.

SWAIN, M.V.; HANNINK, R.H.J. (1989). Metastability of the Martensitic transformation in a 12 mol% ceria-zirconia alloy, II Grinding studies. **Journal of the American Ceramic Society**, v.72, n.8, p.1358-1364.

TABARES, J.A.M. *et al.* (2011). Microstructural changes in ground 3Y-TZP and their effect on mechanical properties. **Acta Materialia**, v.59, p.6670-6683.

TABARES, J.A.M.; ANGLADA, M.J. (2010). Quantitative Analysis of Monoclinic Phase in 3Y-TZP by Raman Spectroscopy. **Journal of the American Ceramic Society**, v.93, n.6, p.1790-1795.

TANG K.; KANG, R. (2011). Simulation on the ground wafer shape in wafer rotational grinding. **Journal of Advanced Manufacturing Systems**, v.10, n.1, p.175-182.

TANIGUCHI, N. (1983). Current Status in, and Future Trends of, Ultraprecision Machining and Ultrafine Materials Processing. In: CIRP, 32, 1983. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.573-582.

TEIXEIRA, M.S.; FORTULAN, C.A.; JASINEVICUS, R.G. (2006). **Influência da Estrutura da Zircônia estabilizada com Ítria sobre a Transição Frágil–Dúctil durante Retificação com Rebolo de Diamante**. In: 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica, 2006, Blumenau. **Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica**.

TOH, S.B.; MCPHERSON, R. (1986). Fine Scale Abrasive Wear of Ceramics by a Plastic Cutting Process. In: INSTITUTE PHYSICS CONFERENCE SERIES, 75, 1986, **Science of Hard Materials Proceedings**, p.856-871.

TOMITA, Y.; EDA, H. (1996). A study of the ultra precision grinding process on a magnetic disk substrate – development of new bonding materials for fixed abrasives of grinding stone. **Wear**, v.195, p.74-80.

TOMLINSON, W.J.; NEWTON, R.C. (1990). Effect of grinding, lapping and various surface treatments on the strength of silicon nitride. v.45, p.307-310.

TÖNSHOFF, H.K. *et al.* (1998). Superfinishing ceramics. **Manufacturing Engineering**, p.52-59.

TORAYA, H.; YOSHIMURA, M.; SOMIYA, S. (1984a). Calibration curve for quantitative analysis of the monoclinic-tetragonal ZrO₂ system by X-ray diffraction. **Journal of the American Ceramic Society**, v.67, n.6, p.119-121.

TORAYA, H.; YOSHIMURA, M.; SOMIYA, S. (1984b). Quantitative analysis of monoclinic stabilized cubic ZrO₂ systems by X-ray diffraction. **Journal of the American Ceramic Society**, v.67, n.9, p.183-184.

TOUGE, M.; MATSUO, T. (1996). Removal rate and surface roughness in high-precision lapping of Mn-Zn ferrite. In: CIRP, 45, 1996. **Annals of the CIRP**, p.307-310.

ULHMANN, E.; ARDELT, T. (1999). Influence of kinematics on the face grinding process on lapping machines. In: CIRP, 48, 1999. **Annals of the CIRP**, p.281-284.

ULHMANN, E.; ARDELT, T. (1998). Kinematics and wheel wear in face grinding on lapping machines. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON PROGRESS OF CUTTING AND GRINDING, 1998, Urumqi. **Proceedings of the 4th International Conference on Cutting and Grinding**, p.251-256.

VENKATARAMAN, R.; KRISHNAMURTHY, R. (2006). Evaluation of fracture toughness of as plasma sprayed alumina–13 wt.% titania coatings by micro-indentation techniques. **Journal of the European Ceramic Society**, v.26, n.15, p.3075-3081.

VENKATESH, V.C. *et al.* (1995). Observations on polishing and ultra-precision machining of semi-conductor substrate materials. In: CIRP, 44, 1995. **Annals of the CIRP**, p.611-618.

VERKERK, J.; PEKELHARING, A.J. (1979). The Influence of the Dressing Operation on Productivity in Precision Grinding. In: CIRP, 28, 1979. **Annals of the CIRP**, p.487-495.

VIRKAR, A.V.; MATSUMOTO, R.L.K. (1986). Ferroelastic domain switching as a toughening mechanism in tetragonal zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.69, n.10, p.224-226.

XU JUN, N.Z.; SANCHEZ, L.E.A.; FIOCCHI, A.A. (2008). Finishing of flat parts led by lapping kinematics on abrasive disc dressed in agreement with overlap factors. In: INTERNATIONAL MECHANICAL ENGINEERING CONGRESS AND EXPOSITION, 2008, Boston. **Proceedings of the International Mechanical Engineering Congress and Exposition**. p.1-8.

WANG, X.B.; SHI, H.M.; REN, J.Z. (2000). An investigation on the transformation in grinding affected layer of ZTC. **International Journal of Machine Tool & Manufacture**, v.40, p.165-172.

WARREN, P.D. (1995). Determining the fracture toughness of brittle materials by Hertzian indentation. **Journal of the European Ceramic Society**, v.15, n.3, p.201-207.

WEGENER, K. *et al.* (2011). Conditioning and monitoring of grinding wheels. In: CIRP, 60, 2011. **CIRP Annals - Manufacturing Technology**, p.757-777.

WEILBULL, W.A. (1939). **A statistical theory of the strength of materials**. Ingeniörsvetenskapsad. Handlingar, n.151, 1939.

WELLS, A.F. (1984). **Structural Inorganic Chemistry**. Oxford University Press.

WEST, A.R. (1990). **Solid State Chemistry and Its Applications**. John Wiley.

WESTERHEIDE, K.A. *et al.* (1997). Advances in characterisation of machined green compacts. **Journal of the European Ceramic Society**, v.17, n.2-3, p.467-472.

WIEDERHORN, S.M. (1967). Influence of water vapor on crack propagation in soda-lime glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v.50, n.8, p.407-414.

WIEDERHORN, S.M.; BOLZ, L.M. (1970). Stress corrosion and static fatigue of glass. **Journal of the American Ceramic Society**, v.53, n.10, p.543-548.

WILLIAMS, O. *et al.* (2012). Evaluation of contamination of ceramic surfaces and its effect on epoxy bleed. **International Journal of Adhesion and Adhesives**, v.32, p.61-69.

WOLTERS, P. (1998). Fine grinding can be the answer (fine grinding systems). **Tooling and Production**, n.6, p.45-46.

WU, H.Z.; ROBERTS, S.G.; DERBY, B. (2008). Residual stress distributions around indentations and scratches in polycrystalline Al_2O_3 and $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{SiC}$ nanocomposites measured using fluorescence probes. **Acta Materialia**, v.56, p.140-149.

WULFMAN, C.; SADOON, M.; LAMY de la CHAPELLE, M. (2010). Interest of Raman spectroscopy for the study of dental material: The zirconia material example. **IRBM**, v.31, n.5-6, p.257-262.

XU, H.H.K.; PADTURE, N.P.; JAHANMIR, S. (1995). Effect of Microstructure on Material-Removal Mechanisms and Damage Tolerance in Abrasive Machining of Silicon Carbide. **Journal of the American Ceramic Society**, v.78, n.9, p.2443-2448.

XU, H.H.K.; JAHANMIR, S.; IVES, L.K. (1996). Material removal and damage formation mechanisms in grinding silicon nitride. **Journal of Materials Research**, v.11, n.7, p.1717-1724.

XU, H.H.K.; JAHANMIR, S. (1995a). Scratching and grinding of a machinable glass-ceramic with weak interfaces and rising T-curve. **Journal of the American Ceramic Society**, v.78, n.2, p.497-500.

XU, H.H.K.; JAHANMIR, S. (1995b). Effect of microstructure on abrasive machining of ceramics. **Ceramic Engineering and Science Proceedings**, v.16, n.1, p.295-314.

- YANG, J.; YU, J.; HUANG Y. (2011). Recent developments in gelcasting of ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v.31, n.14, p.2569-2591.
- YODEN, H.; ITOH, N. (2004). Effect of small size beads on dispersion on nanometer-sized silica particle by wet beads mill process. **Journal of the Society of Powder Technology**, v.41, n.6, p.457-464.
- YOSHIMURA, M. *et al.* (1987). Role of H₂O on the degradation process of Y-TZP. **Journal of Materials Science Letters**, v.6, n.4, p.465-67.
- YOSHIOKA, J. *et al.* (1982). **Surface Grinding with Newly Developed Ultra Precision Grinding Machine**. Society of Manufacturing Engineers Technical Paper, MR82-930.
- ZANOTTO, E.D.; MIGLIORE, A.R. (1991). Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução. **Cerâmica**, v.37, n.247, p.7-17.
- ZIPSE, H. (1997). Finite-element simulation of the die pressing and sintering of a ceramic component. **Journal of the European Ceramic Society**, v.17, n.14, p.1707-1713.
- ZHONG, Z. (2002). Surface finish of precision machined advanced materials. **Journal of Materials Processing Technology**, v.122, n.2-3, p.173-178.
- ZHONG, Z.; VENKATESH, V.C. (1995). Semi-Ductile Grinding and Polishing of Ophthalmic Aspherics and Spherics. In: CIRP, 44, 1995. **Cirp Annals – Manufacturing Technology**, p.339-342
- ZUM, K.H.G. **Grundlagen des Verschleißes. VDI Berichte Nr. 600.3: Metallische und Nichtmetallische Werkstoffe und ihre Verarbeitungsverfahren im Vergleich**, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1987.

APÊNDICE A – Evolução do número de trabalhos publicados em retificação

Número de trabalhos encontrados na base de dados Engineering Village para as palavras-chave retificação (grinding), retificação de precisão (precision grinding), retificação de ultraprecisão (ultra-precision grinding) e retificação de ultra alta precisão (ultra-high precision grinding) de 1973 a 2013, acessado em 11/04/2013 as 11:38hs.

Ano	<i>Grinding</i>	<i>Precision Grinding</i>	<i>Ultra-Precision Grinding</i>	<i>Ultra-High Precision Grinding</i>
1973	316	13	0	0
1974	437	17	0	0
1975	525	27	1	0
1976	408	21	0	0
1977	448	25	0	1
1978	375	12	0	0
1979	378	21	0	0
1980	335	19	0	0
1981	334	13	0	1
1982	515	23	2	1
1983	781	49	1	1
1984	894	42	2	0
1985	966	50	2	0
1986	872	45	1	0
1987	695	39	0	0
1988	659	45	0	0
1989	613	37	1	0
1990	609	39	1	0
1991	785	32	0	0
1992	547	36	5	0
1993	725	49	6	0
1994	776	46	3	0
1995	809	81	8	0
1996	995	68	5	0
1997	937	70	8	0
1998	878	61	5	3
1999	857	62	7	1
2000	739	66	6	0
2001	1008	94	11	0
2002	1203	109	17	1
2003	1271	95	19	1
2004	1628	184	35	1
2005	1476	131	10	2
2006	1497	197	26	2
2007	1279	168	28	0
2008	1485	141	21	1
2009	1605	157	26	1
2010	1801	227	36	2
2011	2085	224	41	0
2012	2019	269	33	0
2013	510	41	6	0

APÊNDICE B – Análises das superfícies das peças

Compactado verde: 200 MPa isostática, 2% peso de PBV.
Microscopia confocal, objetiva 20x, campo escuro, luz monocromática.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.909	um	Root mean square height
Ssk	-0.18		Skewness
Sku	3.46		Kurtosis
Sp	3.79	um	Maximum peak height
Sv	4.94	um	Maximum pit height
Sz	8.73	um	Maximum height
Sa	0.705	um	Arithmetic mean height

Continuação compactado verde:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	0.634	um	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	0.894	um	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	1.53	um	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	0.895	um	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	1.63	um	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	0.276	um	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	0.35	um	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-0.817		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	2.89		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	71.9	um	Gaussian filter, 0.25 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	2.96	°	Gaussian filter, 0.25 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	5.22	1/um	+/-0.5 um, Gaussian filter, 0.25 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	30.6	%	c = 1 um under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3 um under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	0.99	um	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	2.39	um	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça sinterizada: Atmosfera oxidante, 2 horas a 1400 °C.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.742	um	Root mean square height
Ssk	-2.67		Skewness
Sku	18.1		Kurtosis
Sp	1.18	um	Maximum peak height
Sv	8.54	um	Maximum pit height
Sz	9.72	um	Maximum height
Sa	0.518	um	Arithmetic mean height

Continuação peça sinterizada:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	0.119	um	<i>Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.</i>	
Rv	0.237	um	<i>Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.</i>	
Rz	0.356	um	<i>Rz: Maximum Height of roughness profile.</i>	
Rc	0.168	um	<i>Rc: Mean height of the roughness profile elements.</i>	
Rt	0.802	um	<i>Rt: Total Height of roughness profile.</i>	
Ra	0.0518	um	<i>Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.</i>	
Rq	0.0789	um	<i>Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.</i>	
Rsk	-7.77		<i>Rsk: Skewness of the roughness profile.</i>	
Rku	58.1		<i>Rku: Kurtosis of the roughness profile.</i>	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	5.4	um	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RSm: Mean Width of the roughness profile elements.</i>
Rdq	5.42	°	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.</i>
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	0	1/um	<i>+/-0.5 um, Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>PPc: Peak Count on the raw profile.</i>
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	88.2	%	<i>c = 1 um under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pmr	100	%	<i>c = 3 um under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pdc	0.744	um	<i>p = 20%, q = 80%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>
Pdc	1.35	um	<i>p = 2%, q = 98%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>

Peça 1: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #800 (liga epóxi), $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.

Microscopia confocal, objetiva 100x, Campo claro, luz Branca.

Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.0721	μm	Root mean square height
Ssk	-4.99		Skewness
Sku	41.3		Kurtosis
Sp	0.0813	μm	Maximum peak height
Sv	1.02	μm	Maximum pit height
Sz	1.1	μm	Maximum height
Sa	0.0406	μm	Arithmetic mean height

Continuação peça 1:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	16.3	nm	<i>Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.</i>	
Rv	29.9	nm	<i>Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.</i>	
Rz	46.2	nm	<i>Rz: Maximum Height of roughness profile.</i>	
Rc	28.7	nm	<i>Rc: Mean height of the roughness profile elements.</i>	
Rt	54	nm	<i>Rt: Total Height of roughness profile.</i>	
Ra	9.6	nm	<i>Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.</i>	
Rq	11.8	nm	<i>Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.</i>	
Rsk	-0.965		<i>Rsk: Skewness of the roughness profile.</i>	
Rku	3.23		<i>Rku: Kurtosis of the roughness profile.</i>	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	5.4	μm	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RSm: Mean Width of the roughness profile elements.</i>
Rdq	0.901	°	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.</i>
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	186	1/μm	<i>+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>PPc: Peak Count on the raw profile.</i>
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	<i>c = 1000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pmr	100	%	<i>c = 3000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pdc	27.7	nm	<i>p = 20%, q = 80%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>
Pdc	64.4	nm	<i>p = 2%, q = 98%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>

Peça 2: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #600 (liga epóxi), $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.0497	μm	Root mean square height
Ssk	-1.38		Skewness
Sku	6.9		Kurtosis
Sp	0.0971	μm	Maximum peak height
Sv	0.351	μm	Maximum pit height
Sz	0.448	μm	Maximum height
Sa	0.0375	μm	Arithmetic mean height

Continuação peça 2:

Extracted profile

ISO 4287

Amplitude parameters - Roughness profile

Rp	26.9	nm	<i>Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.</i>
Rv	52	nm	<i>Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.</i>
Rz	78.8	nm	<i>Rz: Maximum Height of roughness profile.</i>
Rc	52.7	nm	<i>Rc: Mean height of the roughness profile elements.</i>
Rt	97	nm	<i>Rt: Total Height of roughness profile.</i>
Ra	16.2	nm	<i>Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.</i>
Rq	19.8	nm	<i>Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.</i>
Rsk	-1.04		<i>Rsk: Skewness of the roughness profile.</i>
Rku	4.05		<i>Rku: Kurtosis of the roughness profile.</i>

ISO 4287

Spacing parameters - Roughness profile

RSm	7.26	μm	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RSm: Mean Width of the roughness profile elements.</i>
RDq	1.32	°	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.</i>

Peak parameters - Roughness profile

RPc	167	1/μm	<i>+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>PPc: Peak Count on the raw profile.</i>
------------	-----	------	---	--

Material Ratio parameters - Primary profile

Pmr	100	%	<i>c = 1000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pmr	100	%	<i>c = 3000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pdc	78.2	nm	<i>p = 20%, q = 80%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>
Pdc	246	nm	<i>p = 2%, q = 98%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>

Peça 3: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #300 (liga epóxi), $U_d = 1$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.184	um	Root mean square height
Ssk	-1.05		Skewness
Sku	4.51		Kurtosis
Sp	0.301	um	Maximum peak height
Sv	1.33	um	Maximum pit height
Sz	1.63	um	Maximum height
Sa	0.144	um	Arithmetic mean height

Continuação peça 3:

Extracted profile

ISO 4287

Amplitude parameters - Roughness profile

Rp	0.064	um	<i>Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.</i>
Rv	0.162	um	<i>Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.</i>
Rz	0.226	um	<i>Rz: Maximum Height of roughness profile.</i>
Rc	0.121	um	<i>Rc: Mean height of the roughness profile elements.</i>
Rt	0.336	um	<i>Rt: Total Height of roughness profile.</i>
Ra	0.0373	um	<i>Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.</i>
Rq	0.0486	um	<i>Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.</i>
Rsk	-1.52		<i>Rsk: Skewness of the roughness profile.</i>
Rku	7.99		<i>Rku: Kurtosis of the roughness profile.</i>

ISO 4287

Spacing parameters - Roughness profile

RSm	7.42	um	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RSm: Mean Width of the roughness profile elements.</i>
Rdq	3.13	°	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.</i>

Peak parameters - Roughness profile

RPc	0	1/um	<i>+/-0.5 um, Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>PPc: Peak Count on the raw profile.</i>
------------	---	------	---	--

Material Ratio parameters - Primary profile

Pmr	100	%	<i>c = 1 um under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pmr	100	%	<i>c = 3 um under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pdc	0.251	um	<i>p = 20%, q = 80%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>
Pdc	0.624	um	<i>p = 2%, q = 98%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>

Peça 4: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #800 (liga epóxi), $U_d = 3$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	27.8	nm	Root mean square height
Ssk	-1.02		Skewness
Sku	4.46		Kurtosis
Sp	63.3	nm	Maximum peak height
Sv	154	nm	Maximum pit height
Sz	218	nm	Maximum height
Sa	21.5	nm	Arithmetic mean height

Continuação peça 4:

Extracted profile

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	20.5	nm	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	63.7	nm	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	84.1	nm	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	37.1	nm	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	141	nm	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	12.1	nm	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	17.1	nm	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-3.08		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	16.2		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	5.19	μm	Gaussian filter, 0.025 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	1.16	°	Gaussian filter, 0.025 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	186	1/μm	+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	c = 1000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	45.2	nm	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	119	nm	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça 5: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #600 (liga epóxi), $U_d = 3$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.144	μm	Root mean square height
Ssk	-1.82		Skewness
Sku	8.2		Kurtosis
Sp	0.229	μm	Maximum peak height
Sv	1.1	μm	Maximum pit height
Sz	1.33	μm	Maximum height
Sa	0.103	μm	Arithmetic mean height

Continuação peça 5:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	0.0426	μm	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	0.0697	μm	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	0.112	μm	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	0.0818	μm	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	0.171	μm	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	0.0207	μm	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	0.0256	μm	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-0.774		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	4.79		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	9.13	μm	Gaussian filter, 0.025 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	1.6	°	Gaussian filter, 0.025 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	0	1/μm	+/-0.5 μm, Gaussian filter, 0.025 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	c = 1 μm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3 μm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	0.138	μm	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	0.545	μm	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça 6: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #300 (liga epóxi), $U_d = 3$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.0999	um	Root mean square height
Ssk	-0.986		Skewness
Sku	5.98		Kurtosis
Sp	0.286	um	Maximum peak height
Sv	1.07	um	Maximum pit height
Sz	1.36	um	Maximum height
Sa	0.0766	um	Arithmetic mean height

Continuação peça 6:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	43.9	nm	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	75.5	nm	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	119	nm	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	83.2	nm	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	189	nm	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	23.6	nm	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	28.3	nm	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-0.676		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	5.48		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	10	um	Gaussian filter, 0.025 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	1.71	°	Gaussian filter, 0.025 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	98	1/um	+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	c = 1000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	138	nm	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	316	nm	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça 7: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #800 (liga epóxi), $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	29.9	nm	Root mean square height
Ssk	-1.17		Skewness
Sku	5.55		Kurtosis
Sp	74.4	nm	Maximum peak height
Sv	181	nm	Maximum pit height
Sz	255	nm	Maximum height
Sa	22.2	nm	Arithmetic mean height

Continuação peça 7:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	21.8	nm	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	41.2	nm	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	63	nm	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	33.4	nm	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	93.9	nm	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	11	nm	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	14.8	nm	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-2.16		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	9.45		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	8.11	μm	Gaussian filter, 0.025 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	0.761	$^{\circ}$	Gaussian filter, 0.025 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	118	1/ μm	+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	c = 1000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	56.9	nm	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	141	nm	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça 8: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #600 (liga epóxi), $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.0655	um	Root mean square height
Ssk	-2.11		Skewness
Sku	12.8		Kurtosis
Sp	0.125	um	Maximum peak height
Sv	0.638	um	Maximum pit height
Sz	0.763	um	Maximum height
Sa	0.0473	um	Arithmetic mean height

Continuação peça 8:

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	35.9	nm	Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.	
Rv	71.3	nm	Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.	
Rz	107	nm	Rz: Maximum Height of roughness profile.	
Rc	79.3	nm	Rc: Mean height of the roughness profile elements.	
Rt	148	nm	Rt: Total Height of roughness profile.	
Ra	21	nm	Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.	
Rq	26.9	nm	Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.	
Rsk	-1.45		Rsk: Skewness of the roughness profile.	
Rku	5.36		Rku: Kurtosis of the roughness profile.	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	*****	um	Gaussian filter, 0.8 mm	RSm: Mean Width of the roughness profile elements.
Rdq	*****	°	Gaussian filter, 0.8 mm	RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	*****	1/um	+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.8 mm	PPc: Peak Count on the raw profile.
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	c = 1000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pmr	100	%	c = 3000 nm under the highest peak	Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.
Pdc	69.2	nm	p = 20%, q = 80%	Pdc: raw Profile Section Height difference.
Pdc	220	nm	p = 2%, q = 98%	Pdc: raw Profile Section Height difference.

Peça 9: 1 hora de lapidorretificação U_d , SiC #300 (liga epóxi), $U_d = 5$, $P = 100$ kPa, $N_L = 1$ ($n_r = n_p = 100$ rpm), MQF Emulsão 1:40.
Microscopia confocal, objetiva 100x, campo claro, luz Branca.
Microscópio Leica, modelo DCM 3D.

ISO 25178			
Height Parameters			
Sq	0.0745	μm	Root mean square height
Ssk	-3.26		Skewness
Sku	37.3		Kurtosis
Sp	0.154	μm	Maximum peak height
Sv	1.38	μm	Maximum pit height
Sz	1.53	μm	Maximum height
Sa	0.0528	μm	Arithmetic mean height

Continuação peça 9:

Extracted profile

ISO 4287				
Amplitude parameters - Roughness profile				
Rp	48.5	nm	<i>Rp: Maximum Peak Height of the roughness profile.</i>	
Rv	99	nm	<i>Rv: Maximum Valley Depth of the roughness profile.</i>	
Rz	147	nm	<i>Rz: Maximum Height of roughness profile.</i>	
Rc	88.2	nm	<i>Rc: Mean height of the roughness profile elements.</i>	
Rt	218	nm	<i>Rt: Total Height of roughness profile.</i>	
Ra	30.1	nm	<i>Ra: Arithmetic Mean Deviation of the roughness profile.</i>	
Rq	37.3	nm	<i>Rq: Root-Mean-Square (RMS) Deviation of the roughness profile.</i>	
Rsk	-1.34		<i>Rsk: Skewness of the roughness profile.</i>	
Rku	5.67		<i>Rku: Kurtosis of the roughness profile.</i>	

ISO 4287				
Spacing parameters - Roughness profile				
RSm	7.73	μm	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RSm: Mean Width of the roughness profile elements.</i>
Rdq	1.95	°	<i>Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>RDq: Root-Mean-Square Slope of the roughness profile.</i>
Peak parameters - Roughness profile				
RPc	147	1/μm	<i>+/-0.5 nm, Gaussian filter, 0.025 mm</i>	<i>PPc: Peak Count on the raw profile.</i>
Material Ratio parameters - Primary profile				
Pmr	100	%	<i>c = 1000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pmr	100	%	<i>c = 3000 nm under the highest peak</i>	<i>Pmr: Relative Material Ratio of the raw profile.</i>
Pdc	91.3	nm	<i>p = 20%, q = 80%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>
Pdc	287	nm	<i>p = 2%, q = 98%</i>	<i>Pdc: raw Profile Section Height difference.</i>

APÊNDICE C – Discussões sobre os (C.1) processos abrasivos UP, o (C.2) panorama brasileiro de inovação em Nanociência e Nanotecnologia e o desempenho da indústria nacional, a (C.3) qualidade do ensino e disseminação do conhecimento e (C.4) alguns aspectos científicos e tecnológicos da manufatura UP de cerâmicas avançadas

Neste apêndice os itens acima são analisados criticamente na tentativa de incitar o desenvolvimento ainda incipiente de pesquisa, produtos e serviços no universo dos processos abrasivos UP.

C.1 Processos abrasivos

A relevância da retificação UP para a produção industrial e ciência mundial se torna evidente pelo aumento no número de artigos científicos nas últimas décadas, conforme apresenta a Figura C.1. De 1973 a 1997 foram publicados 50 trabalhos. Nos quatro anos seguintes, de 1998 a 2002, 51 artigos e, nos últimos 10 anos, foram 291 trabalhos científicos – dados completos estão no Apêndice A. Entretanto, o número total de publicações ainda é pequeno se comparado as outras áreas da ciência e tecnologia.

Figura C.1 – Número de trabalhos encontrados na base de dados Engineering Village para as palavras-chave retificação (grinding), retificação de precisão (precision grinding), retificação de ultraprecisão (ultra-precision grinding) e retificação de ultra-alta precisão (ultra-high precision grinding) de 1973 a 2013 (acessado em 11/04/2013 às 11:38hs).

O termo retificação UP ou retificação de ultra-alta precisão (*UHP grinding*) nos fornece uma vasta gama de aplicações evidenciadas pela pluralidade de tópicos abordados. Essas são as palavras-chave mais utilizadas para se referir aos melhores processos de retificação.

Ao restringir-se a busca a **artigos científicos brasileiros** com as palavras-chave “ultra-precision grinding” e “ultra-high precision grinding” a base de dados Engineering Village retorna apenas **dois trabalhos**, dos quais um aborda o uso da emissão acústica (EA) no monitoramento de processos de manufatura de precisão (LEE *et al.*, 2006) e o outro discorre sobre o processo de lapidorrretificação U_d (FIOCCHI *et al.*, 2011).

Este capítulo discute e propõe algumas características gerais para ajudar a conceituar melhor a retificação UP. Além disso, aborda peculiaridades das máquinas-ferramenta, dos rebolos, técnicas de dressagem e a diferenciação do significado da palavra manufatura para as engenharias mecânica e de materiais.

O termo **manufatura de ultraprecisão**, ou **manufatura UP**, traz consigo aspectos científicos e tecnológicos que estão em constante evolução e que não devem, de forma alguma, ser avaliados separadamente.

Para a **Engenharia Mecânica**, a palavra **manufatura** refere-se às etapas que conferem forma ao produto a partir de um dado material com geometria e microestrutura definidas dentro da grande área de Processo de Fabricação. Normalmente, o material e sua geometria (barra, chapa, tubo etc.) são escolhidos com base nos requisitos de projeto quanto à resistência mecânica e técnicas de conformação, soldagem ou usinagem, por exemplo. O principal exemplo são as ligas ferro-carbono dos aços, que podem ter seu desempenho alterado, por exemplo, por tratamentos térmicos e termoquímicos, trabalho a frio ou a quente.

Na ciência dos materiais cerâmicos, principalmente do ponto de vista da **Engenharia de Materiais**, entretanto, a expressão **manufatura** está relacionada não só com as etapas de fabricação até o produto final, mas também com a obtenção da matéria prima ou pó, seja natural ou sintético, a adaptação do sistema para as técnicas de conformação (por exemplo, suspensão coloidal, injeção, prensagem), usinagem cerâmica a verde, pré-queima, usinagem cerâmica branca, sinterização e acabamento. Por conseguinte, a manufatura cerâmica tem pleno controle do material em todas as etapas e pode alterá-lo em função dos requisitos de projeto. Nesse caso a fabricação do produto final não está desassociada da obtenção da matéria prima.

A busca por produtos de cerâmicas avançadas com superfícies funcionais de alta tecnologia carece dos mais sofisticados processos abrasivos para atribuir forma, dimensão e acabamento superficial sem introduzir danos, sejam eles superficiais ou subsuperficiais.

As técnicas convencionais de retificação, lapidação e polimento são muitas vezes empregadas sequencialmente para remediar as deficiências dos processos predecessores, mas nem sempre esse encadeamento produtivo pode alcançar os requisitos almejados, ou mesmo o elevado custo torna a produção proibitiva.

Dentre os três processos, a retificação acordada de convencional – aquela que emprega rebolos não superabrasivos para retificação periférica e de face de superfícies não necessariamente planas, rotacionadas ou não rotacionadas – apresenta excepcional capacidade de remoção de cavaco, todavia com detrimento do acabamento e menor vida do reboło.

Melhores tolerâncias de forma e acabamento são alcançadas no prolixo e desafiador processo de lapidação.

Embora não ofereça o controle de forma tal como os dois processos anteriores, os menores valores de rugosidade são obtidos por meio do polimento em sucessivas etapas que fazem uso de abrasivos cada vez menores.

A usinagem UP, entretanto, encontra-se no limite da fronteira que visa os melhores resultados, se possível fazendo uso de um único processo para desbaste e acabamento. Dentre outros aspectos, a manufatura UP mira o mecanismo dúctil de remoção em material frágil e duro, explora dinamicamente o conceito da retificação UP bem como seus diferentes métodos e conceitos tecnológicos, técnicas, limitações e denominações, assim como deve abordar o projeto e características das máquinas-ferramenta para esse fim.

Não foi encontrada classificação que contemple todos os processos abrasivos mais difundidos na indústria e academia apresentados nesta tese. Soma-se a isso a pluralidade de denominações que um mesmo processo recebe no âmbito industrial e acadêmico.

Dentre as principais organizações de padronização e normatização técnica, a saber, no Brasil, Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT), na Alemanha, *Deutsches Institut für Normung (DIN)* e, nos EUA, *International Organization for Standardization (ISO)*, não há definição nem mesmo um nome para o processo abrasivo de retificação com qualidade ouro.

Brinksmeier *et al.* (2010) foram assertivos ao afirmar que, embora seja compartilhado um conceito intuitivo sobre o que a usinagem de ultraprecisão é ou deveria ser, não é simples padronizar um conjunto de critérios que poderiam definir objetivamente um processo de retificação UP, uma vez que ele explora dinamicamente diferentes métodos e

conceitos tecnológicos. Não há consenso da qualidade superficial e integridade subsuperficial alcançáveis pela retificação UP. Qualquer tentativa de caracterizar a retificação de ultraprecisão no seu estado atual, portanto, deve levar em conta sua natureza inovadora e limitações inexploradas. Nessa situação, o melhor que pode ser feito é estabelecer-se um objetivo tecnológico ideal e se perguntar se ele foi alcançado ou o quão distante se está dessa meta.

Brinksmeier *et al.* (2010) argumentam que a retificação UP ideal de materiais frágeis deveria fornecer qualidade superficial e integridade subsuperficial similar aos processos que utilizam ferramentas de diamante de aresta definida, tal como no torneamento e fresamento UP de materiais dúcteis, pois estas são as condições que promovem resultados excepcionais tidos como padrão em termos de remoção de material por arranque de cavaco.

Dentre as oito características essenciais compartilhadas pela retificação UP, assertivamente muito bem propostas por Brinksmeier *et al.* (2010), notou-se que não há menção, muito menos diferenciação, das técnicas de afiação e/ou condicionamento do rebolo visando a retificação UP.

Segundo as informações processadas nesta pesquisa, pode-se inferir que a disponibilidade de procedimentos díspares de afiação do rebolo, cinemáticas e o contato total ou parcial da peça obra com o rebolo são aspectos fundamentais e podem explicar a amplitude de resultados disponíveis. Por conseguinte, deveriam participar do alicerce das acepções da retificação UP ou pelo menos fazer parte dos critérios que segregam os processos.

A dificuldade de se comparar processos tecnologicamente distintos e com resultados tão variados é evidente. Os melhores resultados quantitativos e qualitativos analisados revelam que:

(1) os valores da rugosidade são substancialmente diminuídos com o emprego de abrasivos fixos que promovem a abrasão dois corpos;

(2) o microcorte, ou usinagem no modo de remoção dúctil fornece os melhores acabamentos com menores danos subsuperficiais;

(3) na retificação de face com pressão constante (na peça) e cinemática planetária, as maiores taxas de remoção são obtidas quando abrasivos soltos são adicionados ao processo (abrasão dois e três corpos), com detrimento da rugosidade e integridade subsuperficial;

(4) se os abrasivos soltos forem muito menores que os fixos, a rugosidade e a vida da ferramenta podem melhorar;

- (5) planeza e rugosidade são funções do diâmetro médio do abrasivo: quanto menor o tamanho do abrasivo, menor a rugosidade, entretanto, os menores valores do desvio de planeza não são alcançados com os menores abrasivos;
- (6) a cinemática planetária promove, além da isotropia da qualidade superficial da peça, menor valor da rugosidade, controle da planeza da ferramenta de corte e da peça;
- (7) a abrasão dois corpos promove menor dano à superfície usinada, diminuindo o tempo de pós-processamento;
- (8) há a necessidade da afiação do rebolo (seja perfilamento, avivamento ou dressagem), que pode ocorrer antes e/ou durante a retificação;
- (9) um mesmo processo de retificação alcançará diferentes qualidades dependendo da técnica e método de afiação do rebolo;
- (10) a retificação a pressão constante suaviza os gradientes de temperatura e tensão, estabilizando a microestrutura;
- (11) principalmente no caso de peças delgadas, a fixação tem papel fundamental nos desvios geométrico, dimensional e acabamento; e
- (12) são necessárias mais tentativas para estabelecer um processo com menos variáveis de controle, maior capacidade de predição do acabamento superficial e que possa ser empregado industrialmente, atendendo as exigências de acabamento em níveis nanométricos com menor custo.

Com relação à oitava observação, a revisão bibliográfica exemplifica distintas tecnologias e suas respectivas singularidades para fomentar a agressividade do rebolo.

O movimento relativo entre a peça e a ferramenta de corte tem papel fundamental, especialmente a cinemática planetária no caso das superfícies planas, conforme aponta a observação de número seis.

O terceiro aspecto que chama a atenção diz respeito à supremacia da qualidade promovida pela usinagem a pressão constante, como aponta a nona observação.

A Tabela C.1 apresenta um resumo das características proeminentes dos processos abrasivos que propendem à usinagem UP. Avaliando criteriosamente aqueles processos pode-se fazer as seguintes avaliações:

Tabela C.1 – Características proeminentes dos processos abrasivos que propendem a usinagem de ultraprecisão.

Autor	Processo	Abrasivo	Ligante	Afiação ou condicionamento da ferramenta	Rugosidade	Desvio de planeza	Vantagem	Desvantagem
BEYER e RAVENZWAAL (2005)	Brunimento plano	Superabrasivos (CBN e diamantes)	Vitrificado	Condicionamento por anel dressador cerâmico	> 0,025 µm	0,3 a 0,6 µm	Peça limpa; abrasão dois corpos; cinemática planetária; elevada taxa de remoção; pressão constante; possível usinagem simultânea de faces paralelas	Limite alcançável de acabamento; menor eficiência de afiação do rebolo
	Lapidorrificação de substrato de disco magnético de 130 mm de liga de alumínio de alta pureza	SiC #4000	PVA 20%, melamínica 15%, e fenólica (5%)	sem	0,02 µm Ra	1,3 µm	Sem impregnação de abrasivos (partículas fixas); Cinemática planetária; Pressão constante	Sem controle da afiação
EDA e TOMITA (1996)	Nanorretificação de cabeçote de disco rígido	Diamante fixos em um disco de alumínio	Ancoragem mecânica em disco de alumínio	Etapa de ancoramento do abrasivo no disco ductil	- 1,14 nm Ra (Al ₂ O ₃ -TiC) - 0,79 nm Ra (SiC)	6 nm (Al ₂ O ₃ -TiC)	Cinemática planetária; usinagem em 2 etapas; pressão constante	Superfícies riscadas podem acontecer (fraca força de ancoramento); baixa TRM
GATZEN e MAETZIG (1996 e 1997)	Lapidação e lapidorrificação com disco facado: cabeçote de HD Fe ₂ O ₃ , MnO e ZnO	Diamante e disco de estanho	Ancoragem mecânica em disco de estanho	Apenas alteração da topografia do disco de lapidação	- 1,34 nm Ra (grãos fixos) - 1,79 nm Ra (grãos fixos e soltos)	-	Cinemática planetária; controle da topografia do disco; pressão constante	Lapidadora equipada com dispositivo de faceamento
TOUGE e MATSUO (1996)								
OHMORI <i>et al.</i> (2011) e MEXSYS (2013)	Retificação ELID de silício	Superabrasivos de 3 µm a ~5 nm	Fe ⁰ , cobalto, bronze e metaloresinóide	Dressagem eletrolítica em processo contínuo	5 a 8 nm Ra < 20 nm Rz 40 a 80 nm Rt	0,34 µm	Acabamento espelhado; remoção constante; manutenção da agressividade do rebolo; elevada vida do rebolo	Custo e adaptação da máquina-ferramenta; mão de obra altamente especializada; dependência tecnológica
OHMORI <i>et al.</i> (2011) e MEXSYS (2013)	Lapidorrificação ELID	Superabrasivos de 3 µm a ~5 nm	Fe ⁰ , cobalto, bronze e metaloresinóide	Dressagem eletrolítica em processo contínuo	< 1 nm Ra 3,5 nm Rt	-	Acabamento espelhado; remoção constante; manutenção da agressividade do rebolo; elevada vida do rebolo; pressão constante; melhores resultados em superfícies planas	Custo e adaptação da máquina-ferramenta; mão de obra altamente especializada; dependência tecnológica
FIOCCHI (2010)	Lapidorrificação U _d de aço inoxidável 420	SiC #300 #600 #800	Epóxi prensado a quente	Dressagem com grau de recobrimento (U _d)	1,92 nm Ra	1,13 µm	Cinemática da lapidação; afiação do rebolo por dressagem com grau de recobrimento (U _d); pressão constante; acabamento espelhado; usinagem em 2 etapas; rebolo de baixo custo	Menor vida do rebolo resinóide convencional comparado ao de ligante vitrificado

No final dos anos 90, difundiu-se nos EUA e Europa um processo abrasivo de retificação de face a pressão constante, cujo primeiro registro de sua criação reporta-se ao início dos anos 80, no qual as peças e o rebolo têm cinemática relativa análoga à cinemática planetária da lapidação. O processo conquistou mercado ao migrar de rebolos convencionais para rebolos segmentados composto de pastilhas ou grandes segmentos feitos de nitreto de boro cúbico (CBN) ou, então, de diamante, principalmente com ligante vitrificado. A superação do rebolo convencional se deu pelo controle ineficiente do desgaste e afiação.

A cerca deste processo de retificação, a revisão bibliográfica apresenta pelo menos sete denominações, dentre elas a tradução literal de brunimento plano, termo aceito no Brasil. Suas vantagens em relação à lapidação, com quem originalmente compete, são: peça limpa, reduzido desperdício de abrasivo, usinagem mais rápida e a possibilidade de usinagem simultânea de faces paralelas. O maior custo do equipamento, necessidade de mão de obra especializada e rebolos especiais tornam o investimento economicamente viável para grandes produções. Não há fabricação nacional de brunidoras planas nem de seus rebolos.

Pelo fato de utilizar um rebolo superabrasivo, a reafiação é naturalmente feita com o desgaste progressivo do ligante (normalmente vitrificado), provocando o afloramento de novos grãos. Quando necessário, o restabelecimento de forma do disco é feito por um anel dressador, análogo ao da lapidação (BEYER; RAVENZWAAL, 2005).

Segundo Sanchez, Xu Jun e Fiocchi (2011) e Fiocchi (2010) por se tratar de um processo derivado da lapidação, criado por tradicionais fabricantes de lapidadoras, não se tem registro da transferência do conceito do U_d , oriundo da retificação convencional, aplicado a este processo, utilizando rebolo convencional de ligante resínóide. Ainda dentro desta hipótese, deve-se considerar o incipiente estudo do U_d por König e Messer (1980) na mesma época do surgimento do brunimento plano.

Uma variação do processo de lapidação foi proposto por Eda e Tomita (1996). Entretanto, eles fazem uso de ferramenta com abrasivos aglutinados em uma matriz polimérica que, por definição, deve ser chamada de rebolo. Por promover a abrasão dois corpos, o processo ganha características de retificação, mais especificamente retificação de face com cinemática da lapidação, todavia sem controle da afiação. Por essa razão, sugere-se a denominação lapidorretificação, que foi utilizada na revisão bibliográfica.

No *nanogrinding*, os diminutos abrasivos são instavelmente ancorados por deformação plástica do disco metálico dúctil. A ausência de ligações químicas entre o abrasivo e o disco favorecem o desprendimento de partículas com a evolução do processo de usinagem. Não ocorre microefeito no abrasivo por fratura já que sua dimensão não favorece a

quebra em partículas menores. Mesmo que os diminutos abrasivos sejam fracamente fixados, tem-se por definição um rebolo. A tradução livre para nanorretificação é, portanto, sugerida.

Na lapidoretificação U_d , diferentemente das técnicas ELID e nanorretificação, abrasivos maiores podem ser fraturados pelo dressador com geração de novas arestas de corte (microfeito) que se comportam como grãos de menor diâmetro (mais baratos). Outra vantagem do macrofeito reside na aptidão do perfil de rosca para transportar resíduos e fluido de corte, além de modificar a pressão específica de corte não apenas pela presença de porosidade no rebolo.

Na técnica de retificação ELID o ligante metálico de maior eficiência é o ferro fundido, que confere maior rigidez mecânica e menor perda de massa se comparado ao rebolo resinóide, outras ligas metálicas ou materiais compósitos. Na lapidorretificação ELID os rebolos com ligantes compostos de fases metálicas e poliméricas são os melhores para usinagem de materiais cerâmicos.

Dentre os processos abrasivos de ultra acabamento, acredita-se que a técnica ELID pode oferecer resultados excepcionais devido ao emprego de grãos muito pequenos com a manutenção da agressividade do rebolo e da TRM pela constante exposição dos abrasivos. A dressagem em processo contínuo não causa entupimento do rebolo, como acontece nas outras técnicas de retificação que fazem uso de partículas abrasivas extremamente pequenas, principalmente em rebolos de ligante polimérico. Abrasivos com dimensões próximas a 5 nm já são utilizados na retificação e lapidorretificação ELID, mas com diminuição drástica da TRM.

Segundo Marinescu (2010, 2011 e 2013) poucas pessoas são capacitadas e estão autorizadas a instalar e aplicar comercialmente a técnica ELID. A comercialização no mundo está restrita a duas empresas: a Interans, sediada na cidade de Toledo-OH, EUA, e a NEXSYSTM Corporation, localizada na cidade de Tóquio, no Japão. A primeira é dirigida pelo Prof. Dr. Ioan Marinescu e atende o continente americano e a Europa. A segunda, por sua vez, é dirigida pelo Prof. Dr. Hitoshi Ohmori, cobrindo toda Ásia e a Austrália que, juntas, constituem o maior mercado consumidor (informação verbal)^{1,2,3}.

¹ Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Laboratório de Tecnologia da Usinagem (LATUS) da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), em 2010.

² Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Precision Micro-Machining Center da University of Toledo (UT), Toledo-OH, EUA, em setembro de 2011.

³ Informação fornecida por Marinescu no *workshop New Advanced Manufacturing Technology* realizado pela Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), dias 8 e 9 de agosto de 2013.

Analizando criticamente a tecnologia ELID foi observado que, dentre outros fatores, poucos profissionais detêm de fato conhecimento para implantá-la com sucesso. Embora a técnica ELID venha sendo desenvolvida há mais de 26 anos, a primeira obra literária completa a abordar tecnologicamente o assunto, intitulada HANDBOOK OF ELID TECHNOLOGY, foi lançada recentemente no final de 2011, editada por Ohmori, Marinescu e Katahira.

Sobre o fluido de corte usado na técnica ELID, sabe-se que além de possuir as características típicas de um fluido de corte deve também manter seu potencial hidrogeniônico (ph) alcalino ($<< 7$) e possuir boa condutividade elétrica para beneficiar a oxidação do ligante sem, contudo, danificar a máquina-ferramenta. A oxidação do rebolo, mas não da máquina, demanda componentes químicos especiais na formulação do fluido de corte. Nos EUA, boa parte da pesquisa na área é fruto da parceria entre Marinescu e a empresa Master Chemical, consequentemente, a disseminação deste conhecimento é reduzida por motivos comerciais. Como parte do fluido deve ser direcionada ao eletrodo há necessidade de maior volume em circulação. O óleo solúvel deve ser diluído em água destilada ou deionizada dependendo da aplicação.

O espaçamento entre o rebolo (pólo positivo) e o eletrodo (pólo negativo) – normalmente entre 0,1 e 0,3 mm – interfere no processo de eletrólise. Pelo fato do rebolo constantemente perder material o vão deve ser continuamente corrigido para manter estável a eletrólise e conferir tolerância dimensional e geométrica ao rebolo. Existem diferentes técnicas patenteadas para correção manual ou automática do vão. Na lapidorretificação ELID essa correção se torna mais crítica pela maior área de trabalho, diferentes velocidades do rebolo em relação ao eletrodo e correção do desvio de planeza do rebolo. Distribuir homogêneamente fluido de corte na interface eletrodo-rebolo também impõe grandes desafios.

Para aplicações de P&D o alinhamento entre o eletrodo e rebolo não é tão crítico, mas para produção seriada a correção automática pode ser atribulada, principalmente na lapidorretificação ELID.

A fabricação de rebolos com ligante metálico faz uso da metalurgia do pó com prensagem isostática a quente (HIP), estando limitada a poucas empresas e centros de pesquisa, principalmente para diâmetros superiores a 300 mm, promovendo forte dependência tecnológica. Rebolos de ligantes condutores não metálicos estão se tornando mais comum e tendem a baratear a produção.

A NEXSYSTM Corporation comercializa máquinas assistidas por ELID com forte tendência para equipamentos de bancada, mas basicamente qualquer máquina pode receber o sistema. Para isso, é necessário que a peça, o rebolo e o eletrodo sejam isolados eletricamente do restante da máquina, sem, contudo comprometer a rigidez mecânica. O rebolo é o item mais difícil de ser isolado. Pode ser feito com o uso de um flange cerâmico, polimérico ou mesmo a aplicação de revestimento no interior do furo de fixação do rebolo ou no eixo árvore da retificadora. Rolamentos com elementos rolantes cerâmicos também podem ser empregados para isolar todo o eixo do rebolo. A vantagem da substituição por rolamentos cerâmicos reside em maior rigidez mecânica, sem introduzir a correção do batimento quando flanges ou revestimentos são aplicados. Outra possibilidade, todavia de maior custo, mas de resultado superior, reside em substituir os mancais de rolamento por aerostáticos ou hidrostáticos.

Ainda que possa ser instalada em quase qualquer máquina-ferramenta que execute o processo de retificação, seja ele qual for, a elevada rigidez mecânica dos rebolos com ligantes metálicos necessita de máquinas-ferramenta de alta rigidez de laço para conciliar acabamento e TR. Todavia, poucos são os equipamentos que atendem essa necessidade.

Basicamente, os elementos que compõe o sistema de retificação ELID são, além da própria retificadora, uma fonte de corrente contínua com controle de duração de pulso elétrico, um eletrodo de cobre ultrapuro com suporte e ajuste de posição, uma unidade de usinagem por descarga elétrica (EDM) para correções do rebolo pré-usinagem, o rebolo de ligante condutor elétrico, dispositivos isolantes elétricos e fluido de corte específico.

Segundo orçamento fornecido pela NEXSYSTM Corporation em sete de abril de 2013, os preços individuais são apresentados na Tabela C.2, descartando-se o custo de importação, transporte, instalação, treinamento e isolamento elétrica.

Tabela C.2 – Preços dos principais componentes para retificação ELID.

Descrição	Preço (Iene japonês)	Preço (Dólar americano)	Preço (Reais)
Rebolo de ligante metálico e resinóide de diamante de #8.000 ou #1.000.000 ou #3.000.000 ($\varnothing_e=340$, $\varnothing_i=100$, $e_r=25$ e $e_a=5$ mm) Modelo NX-GW-KFSI-D	650.000,00		13.040,72
Fonte ELID modelo NX-ED1560 para até 150 VDC e 60 A.	3.7000.000,00		74.231,80
Eletrodo	500.000,00		10.031,32
Escova condutora	50.000,00		1.003,13
18 l de fluido de corte para 2% de diluição em água destilada	30.000,00		601,88
Unidade de usinagem por descarga elétrica (EDM)		20.000,00	39.710,00

Taxa de câmbio em 9 de abril de 2013. Iene japonês para Real de 0,0201. Dólar americano para Real de 1,9855.

O valor total é de R\$138.618,00 desconsiderando o valor da máquina-ferramenta. Incluindo as despesas extras, o sistema deve custar mais de R\$280.000,00.

Marinescu (2011 e 2013) quando indagado sobre o motivo pelo qual a técnica ainda não está amplamente difundida na indústria mesmo com todo o benefício comprovado, explicou que as principais razões são a falta de mão de obra qualificada de operadores e engenheiros, necessidade de mais pesquisas para elucidar a técnica e a oferta dos insumos restrita a poucas empresas, a maior parte no Japão (informação verbal)^{1,2}.

Dessa forma, a retificação assistida por dressagem eletrolítica em processo contínuo (Retificação ELID) pode ser rotulada como a melhor tecnologia atual de afiação durante o processo de usinagem, mas nem sempre será a melhor solução.

No estágio atual, a lapidorretificadora U_d pode ser viabilizada com custo muito inferior ao dos acessórios para retificação ELID, com fabricação nacional, sem dependência tecnológica de insumos e empregando mão de obra já disponível no setor de usinagem CNC. Para a usinagem plana de peças consagradas, o investimento da lapidorretificadora será pouco maior que o de uma lapidadora, tendo como principais vantagens menor tempo de usinagem, ampla gama de acabamento, processo automatizado e controle da afiação do rebolo.

¹ Informação fornecida por Marinescu em reunião técnica no Precision Micro-Machining Center da University of Toledo (UT), Toledo-OH, EUA, em setembro de 2011.

² Informação fornecida por Marinescu no *workshop New Advanced Manufacturing Technology* realizado pela Pós-Graduação da Engenharia Mecânica da Faculdade de Engenharia de Bauru (FEB/Unesp), dias 8 e 9 de agosto de 2013.

Ao utilizar de processos de fabricação e elementos de máquina de custo e tecnologias dominadas pelo Brasil, o processo de lapidorretificação U_d torna-se extremamente atraente e inovador. Diferentemente de outros processos de acabamento UP, a lapidorretificadora foi concebida para alcançar resultados na escala nanométrica fazendo uso de componentes mecânicos de precisão e abrasivos micrométricos.

Foi compreendido que, na fronteira da Ciência, principalmente no Brasil, não é comum nos depararmos com pesquisas que assumam tantos riscos e atuem objetivamente em tantas áreas com resultados concretos e promissores.

C.2 Panorama brasileiro de inovação em N&N e desempenho da indústria nacional de processos abrasivos UP

Conforme apresentado na identificação da demanda desta pesquisa no item 3.1, a N&N têm levado os países líderes, como EUA, o Japão e os da Comunidade Europeia, a investir maciçamente na área, principalmente, devido à expectativa de que a difusão de novos produtos baseados em nanotecnologia impacte fortemente a produção de bens manufaturados até 2016 (ABDI, 2010a).

Segundo a ABDI (2010a) o Brasil tem avançado consistentemente no desenvolvimento de **ações** de muita importância em Ciência, Tecnologia e Inovação (C&T&I), com resultados concretos na produção científica, tecnológica e formação de recursos humanos em áreas consideradas estratégicas, particularmente em determinados campos de N&N.

Não se deve tirar o mérito do avanço brasileiro no **desenvolvimento de ações** de muita importância em C&T&I. A produção científica e tecnológica realmente vem aumentando, sem entrarmos no mérito da qualidade, entretanto, os resultados devem migrar de ações para **bens de consumo** para que se possam induzir benefícios econômicos e sociais.

Segundo o relatório Panorama Nanotecnologia (ABDI, 2010a), o Brasil tinha apenas 13 produtos de nanotecnologia desenvolvidos em 2007, conforme mostra a Tabela C.3.

Tabela C.3 – Produtos de nanotecnologia desenvolvidos no Brasil.

Produto	Empresa
Língua Eletrônica	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (Embrapa)
Grafite	Faber Castell
n-Domp	Ponto Quântico
Biphor	Bunge
Prótese Arterial	Nano Endoluminal
True Life Silpure	Diklatex
Secador de cabelos	Nanox/TAIFF
Sistema de liberação controlada de drogas	Nanocore
Taubarez T 940	Indústrias Químicas de Taubaté
Revestimentos	Nanox Tecnologia S.A.
Vitactive nanoserum antissinais	O Boticário
CVdntus	CVD
Nanocompósitos de polipropileno e polietileno	Braskem

Fonte: MCT (2007).

A Cartilha Sobre Nanotecnologia (ABDI, 2010b) afirma que existem atividades nanotecnológicas em empresas brasileiras nos seguintes setores: cosméticos, tecidos, cerâmicos, ambiental, tintas, calçados, plásticos, fármacos, entre outros.

Pode-se notar claramente que dentre aqueles setores os principais desenvolvimentos concentram-se na **obtenção de matérias prima**, que por si só não conferem ou não tem condições de agregar valor além de um determinado limite.

Poucos são os dispositivos, máquinas ou equipamentos eletroeletrônicos que podem provocar o crescimento da economia em áreas inovadoras e estratégicas com potencial para fomentar a equiparação do Brasil aos países líderes.

O recente despertar da nossa academia e indústria, bem como a falta de legislação, não trouxeram grande impacto econômico. Vale ressaltar que, no Brasil, a maior parte dos avanços na indústria em N&N não são exclusivamente nacional. Grandes multinacionais dos setores químico, farmacêutico e cosmético aplicam os resultados de pesquisas internacionais aqui no Brasil.

Vários são os produtos advindos da N&N que empregam alguma operação de usinagem para produzir superfícies com os menores desvios de planeza, menores valores de rugosidade e superfícies livres de danos microestruturais. Diversas tecnologias estrangeiras de manufatura estão disponíveis, porém, dentre outros, de alto custo de implantação e manutenção, alta dependência tecnológica de insumos e mão de obra. A busca por peças cerâmicas altamente tecnológicas com superfícies funcionais necessita dos mais sofisticados processos de remoção de material, principalmente a usinagem abrasiva.

O atraso e baixo desempenho da indústria mecânica de ultraprecisão brasileira podem ser compreendidos com base nos processos de remoção ofertados pela nossa indústria de máquinas-ferramenta. Os processos mais difundidos no Brasil para arranque de cavaco são aqueles que empregam ferramentas de aresta definida, por meio das limitadas operações (convencionais) de torneamento, fresamento, furação, mandrilamento e roscamento. Quando se trata da usinagem abrasiva, nem mesmo a maior fabricante nacional de máquinas-ferramenta, a Indústrias Romi S.A., oferece retificadora. A lapidorretificação U_d e a lapidorretificadora Fiocchi são o único processo e máquina-ferramenta para retificação UP totalmente desenvolvidos e validados no Brasil.

Os principais avanços alcançados nos últimos anos nos processos de usinagem aconteceram principalmente nos materiais das ferramentas de corte e nos subconjuntos integrantes das máquinas-ferramenta, tais como o sistemas eletroeletrônicos de comando numérico computadorizado e programas, servomotores, guias de alto desempenho, sensores,

cálculo estrutural, materiais estruturais e sistemas de controle da temperatura e amortecimento da estrutura. Também houve grande avanço na manufatura e projeto auxiliados por computador (CAD-CAM).

Praticamente todas essas tecnologias são importadas, ficando a cargo da nossa indústria o dimensionamento e construção da estrutura. Pode-se dizer que a indústria de máquinas-ferramenta nacionais, em alusão à automobilística, pode ser rotulada como montadora.

Segundo a Confederação Nacional da indústria (CNI) – em sua Edição Especial do Informe Conjuntural, Economia Brasileira (2012) – a competitividade é a chave do crescimento. O desempenho da indústria brasileira é decepcionante, com queda estimada de 0,6% para o PIB industrial e de 2,0% para a indústria de transformação.

A perda de ritmo não reflete apenas os efeitos da crise mundial. Países emergentes, inclusive da América Latina, irão crescer mais que o Brasil em 2013. Esses países têm, em geral, taxa de investimento maior que a nossa. Isso explica, em parte, a diferença no desempenho (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

A estagnação da produtividade e o alto custo de produzir estão na raiz do problema. O baixo nível de investimento, a qualidade da regulação, o excesso de burocracia e a qualidade da educação são algumas das razões para a baixa produtividade (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

A expectativa de uma mudança no desempenho econômico brasileiro em 2012 frustrou a todos – Governo, empresários e sociedade. Ainda que não se esperasse um desempenho extraordinário, o resultado projetado pela CNI (0,9% de crescimento do PIB) mostra que o modelo de crescimento brasileiro, baseado apenas no consumo, é insustentável (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

O que está por trás do fraco desempenho da indústria brasileira? Segundo a CNI, o fraco desempenho da indústria brasileira não é algo momentâneo, efeito apenas da crise internacional que assola, sobretudo, os países desenvolvidos. O problema tampouco é a falta de demanda. A demanda doméstica brasileira pouco sentiu a crise. Entre 2008 e 2011, o consumo das famílias cresceu 16,3%; o PIB do comércio cresceu 13,5% e o PIB de serviços cresceu 10,7%. Nesse mesmo período **o PIB da indústria de transformação cresceu apenas 0,6%** (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

A indústria nacional vem perdendo importância entre os países emergentes. Em 2000, segundo a Organização das Nações Unidas para o Desenvolvimento Industrial (UNIDO), a produção industrial brasileira respondia por 8% do total produzido pelos países

em desenvolvimento. Em 2010, essa participação se reduz para perto de 5%. Em direção oposta, a China aumentou sua participação de 32% para 47% (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

O baixo dinamismo da indústria brasileira se reflete na estrutura de vantagem comparativa do país. Entre meados da década de 1990 e fim da década de 2000, a China não só se tornou um dos principais centros manufatureiros do mundo, como conseguiu redefinir sua estrutura de vantagem comparativa de produtos intensivos em trabalho em direção a produtos mais elaborados (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

O que está por trás da perda de competitividade da indústria brasileira? Por que as empresas não aumentam sua produtividade? Há diversos fatores que explicam o desempenho ruim da indústria e que precisam ser enfrentados para que a indústria reencontre seu caminho (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Alguns fatores são inerentes às empresas. O baixo nível de investimento, sobretudo em inovação, certamente se apresenta como uma das explicações. Mas porque as empresas deixariam de investir se isso é crucial para sua sobrevivência? É aqui que o ambiente econômico-institucional desfavorável, a deficiência na infraestrutura do país e a baixa qualidade da educação mostram sua importância (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

A educação é a base de tudo. Sem educação não há inovação e os ganhos de produtividade tornam-se escassos. A baixa qualidade da educação dificulta a geração de mão de obra qualificada, o que impacta a produtividade de duas maneiras. O primeiro, um impacto imediato, advém da contratação de trabalhadores não qualificados adequadamente para exercer o ofício. Com isso, a produtividade cai quase que instantaneamente. Os novos trabalhadores vão ter que aprender o ofício, mas é aqui que se apresenta o segundo efeito (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Dada a baixa qualidade da educação, os trabalhadores, independente do nível educacional, têm dificuldade de aprendizado. Isso não só dificulta a recuperação da produtividade perdida pela empresa, como também dificulta a inovação, outra fonte de aumento da produtividade. Os trabalhadores têm dificuldade de se adequar a mudanças tecnológicas e não têm criatividade e capacidade de raciocínio lógico para propor processos mais eficientes de produção. A baixa qualidade da educação é um sério entrave à inovação (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Segundo o Banco Mundial, em termos de ambiente favorável aos negócios, o Brasil está no 130º lugar em um *ranking* que considera 185 países (Doing Business 2013). No relatório do Fórum Econômico Mundial, o Global Competitiveness Report 2011-2012, que

considera 142 economias, o Brasil encontra-se na 53ª posição. De acordo com o IMD World Competitiveness Yearbook 2012, o Brasil situa-se na 46ª posição no *ranking* de competitividade de um total de 59 economias (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Como políticas de médio e longo prazo, o Brasil precisa investir na qualidade da educação. É preciso melhorar a qualidade da educação básica, **estimular a educação profissional e a formação de engenheiros** (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Quanto a formação de engenheiros ressalta-se que não basta apenas aumentar o número de vagas nas universidades, é preciso focar na qualidade do ensino e estreitar relações com universidades estrangeiras de renome internacional. O intercâmbio acadêmico já é realidade e está sendo fomentado pelo programa Ciências Sem Fronteiras para alunos de graduação e pós-graduação.

O país também precisa desenvolver ações para estimular alunos de desempenho acadêmico excepcional para que essas mentes brilhantes usem os seus conhecimentos aqui, ou seja, criar mecanismos estimuladores de formação de qualidade e retenção dessa massa crítica com apoio financeiro para realização de P&D e inovação.

Nos países desenvolvidos, o apoio do Governo tem se mostrado fundamental para o investimento em inovação. Isso não é diferente para as economias em desenvolvimento, como a brasileira. O Brasil precisa ampliar sua estrutura de apoio às empresas que querem inovar e construir um ambiente normativo favorável à inovação (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

Dos 26 setores da indústria de transformação, 16 mostraram queda na produção de janeiro a setembro de 2012 frente ao mesmo período do ano anterior. Todas as categorias de uso registram queda. Houve retração de 12,4% nos bens de capital (grande parte dos investimentos continua sendo feita via importações de máquinas e equipamentos), de 6,2% nos bens duráveis e de 2,2% nos bens intermediários (ECONOMIA BRASILEIRA, 2012).

C.3 Qualidade do ensino e disseminação do conhecimento

Para finalizar a análise crítica, verifica-se pouco estímulo por parte do governo que reflita na disseminação do conhecimento gerado em nossas universidades e centros de pesquisa que não na forma de livros e artigos. Os relatórios científicos oriundos de Projetos de Pesquisas nas mais diversas modalidades de apoio às pesquisas fomentadas pelo CNPq e FAP's, por exemplo, não são divulgados.

O tipo de informação contida nesses documentos é diferente das encontradas nos artigos científicos e livros, sendo fundamental para compartilhar caminhos de superação muitas vezes subjugados em publicações com restrição do número total de páginas.

Nos artigos científicos são apresentados resultados filtrados que esclarecem apenas o estado de hipótese defendido. Muitas vezes informações sobre tentativas e erros podem alimentar a solução de problemas de áreas diferentes.

Por essa razão, defende-se a disseminação controlada desse conhecimento sem que conflite com os direitos dos autores em proteger os achados por meio de patentes, desenho industrial etc.

C.4 Aspectos científicos e tecnológicos da manufatura UP de cerâmicas avançadas

A visão do autor, dentro do universo da engenharia mecânica, é de que a cerâmica é um material de elevada dureza que mantém suas propriedades em temperaturas elevadas, decorrência de sua excepcional estabilidade química, fruto das fortes ligações atômicas, entretanto, sofre devido a sua baixa tenacidade à fratura ($K_{Ic} < 10 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$), que afeta significativamente seu processamento devido a sua fragilidade.

Uma das razões porque os materiais cerâmicos não são empregados mais amplamente em engenharia com fins estruturais está relacionado à sua fratura frágil. Embora o comportamento mecânico das cerâmicas seja, em diversos aspectos, superior ao de outros materiais, normalmente não apresentam deformação plástica apreciável antes da ruptura e sua tenacidade é reduzida.

A amplitude da resistência à fratura pode vir da introdução de defeitos nas sucessivas etapas de obtenção do sinterizado e, principalmente, da usinagem cerâmica dura, tradicionalmente realizada por processos superabrasivos que removem material predominantemente no regime frágil, indesejado para aplicações mais avançadas, introduzindo defeitos superficiais e subsuperficiais. Na fronteira do conhecimento há a usinagem UP visando processar esses materiais sem introduzir defeitos.

Na tentativa de justificar a marcante diferença entre a resistência teórica e a resistência mecânica real dos materiais frágeis foram postuladas teorias de que falhas internas ou superficiais atuam como amplificadores de tensão e que a separação das superfícies ocorre sequencialmente ao invés de simultaneamente.

A propagação de uma trinca ocorre quando o decréscimo na energia elástica excede o aumento de energia superficial associado à formação de novas superfícies. À temperatura ambiente, a fratura frágil intragranular tende a ocorrer por clivagem sobre planos cristalográficos específicos. Em altas temperaturas, há maior tendência da fratura intergranular, mas de maneira geral, a fratura ocorre de forma intra e intergranular simultaneamente. Ao introduzir tensão de compressão, a lapidorretificação U_d provavelmente aumenta a energia necessária para uma trinca se propagar.

Considerando que a usinagem UP tem capacidade de alcançar valores nano e sub nanométricos (10^{-9} e 10^{-10} m) de rugosidade, ou seja, de dimensões próximas à distância interatômica, o acabamento pode ser considerado como um defeito ou região de potencial de início de propagação de trincas segundo o critério de Griffith.

A mecânica de fratura visa formas de separar as propriedades intrínsecas do material da distribuição de falhas na estrutura em decorrência de tensões e deformações em trincas ao longo do tempo. Na lapidoretificação U_d acredita-se que o corte dúctil, a deformação plástica com recristalização de grãos nanométricos e a ausência de trincas favorecem as propriedades mecânicas ao diminuir o tamanho do defeito crítico advindo do processo mais brando, aumentando a resistência à fratura.

Peças cerâmicas manufaturadas identicamente podem exibir grandes variações de resistência à ruptura, especialmente quando se trata de micro e nano dispositivos, que tendem a aumentar o espalhamento dos valores de resistência, gerando pequeno valor de parâmetro de Weibull.

Analizando a variação da energia total livre (ΔG_{t-m}), apresentada na Equação 2.10, a usinagem pode atuar na energia de deformação (ΔU_{SE}) e na energia associada à criação de novas interfaces e microtrincamento (ΔU_S). A tensão residual de compressão introduzida na superfície da peça pela lapidoretificação U_d aumenta ΔU_{SE} e estabiliza a fase tetragonal.

Em termos estruturais, todas as interfaces entre os planos cristalográficos da zircônia sujeitos a transformação martensítica são do tipo $\{100\}_t$ ou $\{110\}_t$ e sofrem elongação na direção $[001]_t$. Essa expansão volumétrica deteriora a rugosidade localmente, provocando condições de elevada tensão nos pontos de contato em peças sujeitas a condições de desgaste, como as próteses de quadril (cabeça e acetábulo). O desgaste dessas próteses liberam fragmentos (terceiro corpo) que provocam dor, rangido e osteólise induzida por partículas.

Estudos mostraram que condições de polimento inadequadas induzem a transformação desses implantes de zircônia no organismo. O polimento de semiacabamento (diamante com diâmetro médio do abrasivo, $D_m = 6 \mu m$) produz uma camada superficial de tensão compressiva benéfica para a resistência ao envelhecimento, enquanto o polimento de acabamento ($D_m = 1 \mu m$) produz nucleação da transformação preferencialmente em torno de riscos devido as tensões residuais de tração providas do dano elastoplástico. Para relaxar as tensões residuais e padronizar a sensibilidade ao envelhecimento pode-se aplicar tratamento térmico de 2 h a 1200 °C. Estes resultados demonstram que a rugosidade por si só não pode ser utilizada para garantir estabilidade em longo prazo e que abrasivos maiores produzem tensão de compressão.

As micro e macro tensões de tração são aceitas como gatilho da transformação martensítica nos grãos da zircônia. Portanto, a usinagem deve ser empregada com critério para evitar o surgimento de tensão residual de tração em superfícies e subsuperfície sujeitas ao

envelhecimento. A retificação tangencial plana é o principal processo de remoção e o que gera maior tensão residual de tração. Por outro lado, a lapidorretificação U_d provocou tensão residual de compressão.

A necessidade de se conhecer, controlar e transformar a matéria prima em um corpo denso, de microestrutura definida (quantidade, morfologia e distribuição dos grãos e poros e das fases) é fundamental para a retificação UP. Poros, contorno de grão, trincas, estabilidade dimensional, dentre outros, afetam o acabamento. No caso da TZ-3Y-E, temperatura e esforço mecânico podem provocar transformação $t \rightarrow m$, mecanismo descoberto devido à falha de implantes em artroplastia total de quadril. Essa transformação recebeu diversos nomes. Resalta-se que ela pode ocorrer durante a usinagem e em condições específicas.

Para aplicações especiais que necessitam das melhores características funcionais, quanto menor e mais homogêneo o tamanho da partícula cerâmica (matéria prima), melhor será o acabamento. A maior densificação obtida com finos pós diminui, portanto, não só a porosidade, mas também o efeito do contorno de grão. Assim, promove-se a melhora da rugosidade média aritmética (R_a) e diminui-se a rugosidade pico-vale (PV ou R_t)

Sabendo que a *LTD* é acelerada em microestrutura de grãos grosseiros, baixa densidade e fração cúbica-tetragonal, as condições de sinterização também devem ser customizadas para evitar esses predicados. Isso pode implicar na utilização da prensagem isostática à quente ou sinterização rápida.

A tensão de ruptura na cerâmica é fortemente influenciada pelo tamanho do defeito ou falha crítica de modo que as características microestruturais importantes em relação ao tamanho dos defeitos são o tamanho dos grãos e poros. Por isso o controle total da rota do processamento cerâmico é fundamental. Para a zircônia estrutural busca-se menor tamanho de grão, menor tamanho e distribuição de porosidade.

As técnicas de processamento dos materiais metálicos fazem uso da boa ductilidade para aplicar deformações plásticas. A produção de uma peça cerâmica, por outro lado, não está desassociada do processamento do material, realizado principalmente por sinterização e o acabamento superficial é consequência direta das técnicas de obtenção do corpo cerâmico bem como da usinagem final no estado sinterizado, etapas que se forem mal executadas têm potencial de introdução de defeitos superficiais, principalmente as trincas longitudinais que se assemelham aos modelos propostos por Griffith no contexto da mecânica da fratura, amplificando a tensão na ponta da trinca e promovendo seu crescimento subcrítico.

O pó cerâmico deve invariavelmente ser compactado para ganhar forma. Agentes orgânicos ajudam no processo, manutenção dimensional e o ligante confere resistência

mecânica à peça para sua manipulação ou usinagem cerâmica a verde. Nas poucas publicações a respeito é comum dizer que a usinagem cerâmica a verde pode gerar trincas definitivas no compactado.

Na visão do autor, a palavra trinca é usada equivocadamente para caracterizar o rompimento das fracas ligações químicas dos agentes orgânicos. Como as partículas cerâmicas não estão consolidadas não faz sentido afirmar que a usinagem/processamento induza o trincamento. Apenas o rompimento das fortes ligações iônicas e covalentes após a sinterização parcial (usinagem cerâmica branca) ou total (usinagem cerâmica dura) deve ser chamado de trinca. O que de fato ocorre é o desempacotamento das partículas cerâmicas (perda de compactação) que impossibilita a difusão e densificação naquela região. Delaminação é provavelmente a definição mais fiel da situação.

Durante a retificação da zircônia sinterizada com fluidos de corte de base aquosa pode ocorrer elevação pontual da temperatura em ambiente úmido. Assim, a degradação à baixa temperatura pode influenciar o mecanismo de remoção de material, principalmente nas zircônias de baixa qualidade. O aumento volumétrico na transformação da fase monoclinica eleva a profundidade efetiva de corte e deteriora o acabamento.

Quando a usinagem visa estreita faixa de tolerância quanto ao acabamento deve-se evitar ao máximo a transformação de fase na superfície da peça por meio de profundidades efetivas de corte nanométricas (subcríticas) a fim de impedir a deterioração específica do acabamento, mesmo que o mecanismo de reforço promova o aumento da resistência, a expansão volumétrica da fase compromete a rugosidade.

O **grande desafio** assumido no ano de 2007 foi estabelecer um novo patamar de pesquisa no âmbito da usinagem abrasiva UP por meio do desenvolvimento da lapidorretificadora e do seu processo de lapidorretificação U_d , compreendendo-os cientificamente e tecnologicamente como um processo de manufatura original, brasileiro, que atende as exigências de retificação UP de materiais metálicos e cerâmicos. Assim, visando capacitar, multidisciplinarmente, o país a desenvolver pesquisa e inovação em diferentes áreas da micro e nano ciência e tecnologia.

A presente tese abordou a Manufatura e o Projeto Mecânico, da Engenharia Mecânica, visando o desenvolvimento completo de uma máquina-ferramenta de ultraprecisão, aliando Tribologia, Metodologia de Projeto, Processos de Fabricação e Fluido Térmica.

Da engenharia elétrica, fez uso das áreas de concentração Acionamentos e Controle, Automação, Aquisição e Processamento de Dados para dar vida as estruturas e sistemas mecânicos, por meio do comando numérico computadorizado, culminado em uma

lapidorretificadora de alta tecnologia, pronta para ser aplicada em diferentes áreas industriais, pesquisa e desenvolvimento.

Como **desafios científicos** que foram confrontados destacam-se: (1) a carência de normalização dos processos abrasivos UP, (2) a definição dinâmica do conceito de retificação UP; (3) análise criticamente das influências das etapas da produção do componente cerâmico na usinagem de acabamento, (4) os mecanismos de remoção de material – abrasão dois e três corpos – na usinagem da TZ-3Y-E e suas influências no mecanismo de corrosão sob tensão, (5) o projeto conceitual da lapidorretificação e (6) a necessidade da caracterização superficial por diferentes técnicas.

Quanto aos **desafios tecnológicos**, eles incluíram: (1) o domínio das áreas de projeto mecânico, manufatura de materiais cerâmicos, caracterização cerâmica e usinagem abrasiva de ultraprecisão, (2) quantificação da TRM e (3) a influência dos parâmetros de usinagem no acabamento superficial da TZ-3Y-E.

A necessidade de conhecer a fundo os materiais cerâmicos avançados e seu processamento nos levou a interagir fortemente com a Engenharia de Materiais e a Física, principalmente para embasar e fornecer condições para os ensaios de caracterização.

Além disso, ressalta-se o desejo do autor em gerar um *spin-off* por meio do Programa FAPESP de Pesquisa Inovativa em Pequenas Empresas (PIPE) para beneficiar a sociedade com os resultados desta pesquisa (Auxílios à Pesquisa Regular Fapesp 2011/22486-7 e 2008/50233-3).