MARCELO BERTOLETE CARNEIRO

**Fabricação de ferramentas de corte em gradação funcional por
*Spark Plasma Sintering (SPS)***

São Paulo

2014

MARCELO BERTOLETE CARNEIRO

**Fabricação de ferramentas de corte em gradação funcional por
*Spark Plasma Sintering (SPS)***

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do
título de Doutor em Ciências

**São Paulo
2014**

MARCELO BERTOLETE CARNEIRO

**Fabricação de ferramentas de corte em gradação funcional por
*Spark Plasma Sintering (SPS)***

Tese apresentada à Escola Politécnica da
Universidade de São Paulo para obtenção do
título de Doutor em Ciências

Área de Concentração:

Engenharia Mecânica de Projeto de
Fabricação

Orientadora: Profa. Dra. Izabel Fernanda
Machado

**São Paulo
2014**

Este exemplar foi revisado e corrigido em relação à versão original, sob responsabilidade única do autor e com a anuência de seu orientador.

São Paulo, 12 de março de 2014.

Assinatura do autor

Assinatura do orientador

FICHA CATALOGRÁFICA

Carneiro, Marcelo Bertoletto

Fabricação de ferramentas de corte em gradação funcional por Spark Plasma Sintering (SPS) / M.B. Carneiro. – versão corr. -- São Paulo, 2014.

168 p.

Tese (Doutorado) - Escola Politécnica da Universidade de São Paulo. Departamento de Engenharia Mecânica.

1. Usinagem 2. Sinterização 3. Ensaios dos materiais 4. Resistência dos materiais I. Universidade de São Paulo. Escola Politécnica. Departamento de Engenharia Mecânica II. t.

Aos meus pais pelo apoio em mais esta etapa da minha vida. Ao meu irmão, à minha sobrinha e sobrinhos, à minha vó e ao meu finado tio. À Patrícia e ao Rafael pelo carinho a mim dedicado.

AGRADECIMENTOS

À Escola Politécnica da Universidade de São Paulo e ao Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica pela oportunidade da realização do curso.

À Profa. Dra. Izabel Fernanda Machado pela orientação e por ter confiado o tema de trabalho.

Ao Laboratório de Fenômenos de Superfícies (LFS) através dos professores Amilton Sinatora, Deniol Katsuki Tanaka, Roberto Martins de Souza e Rodrigo de Lima Stoeterau.

Aos técnicos da EPUSP Carlos Alberto de Souza Lima, Tiago Monteiro Camponucci, Francisco Faustino e Fábio do Nascimento por serem grandes facilitadores.

Aos colegas de laboratório.

À Dra. Cátia Fredericci e ao Técnico Israel Aparecido Cruz ambos do Laboratório de Metalurgia e Materiais Cerâmicos (LMMC) do Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT) pelo auxílio nos ensaios de flexão.

À BRATS através do Sr. Daniel Rodrigues pela doação de pós de resíduo de compactação de WC-Co.

À Tupy através dos Srs. Wilson Luiz Guesser e Cássio Luiz de Andrade pela doação de barras de ferro fundido cinzento (FC 250).

À Sandvik Coromant através dos Srs. Aldeci Santos, Plínio Pires e Rodrigo Andrade pela doação do suporte de ferramenta CSRNR 2525 e insertos de GC1690.

Às agências de fomento CAPES, FAPESP pela concessão da bolsa de doutorado (2010/00683-2) e ao CNPq pelo fomento a pesquisa (472145/2010-0).

Finalmente, agradeço à Patrícia e ao Rafael pelo companheirismo ao longo desta aventura e aos meus pais pelo apoio e amizade.

Senhor, fazei-me instrumento de vossa paz.

Onde houver ódio, que eu leve o amor;

Onde houver ofensa, que eu leve o perdão;

Onde houver discórdia, que eu leve a união;

[...]

Ó Mestre, Fazei que eu procure mais

Consolar, que ser consolado;

compreender, que ser compreendido;

amar, que ser amado.

Pois, é dando que se recebe,

é perdoando que se é perdoado,

e é morrendo que se vive para a vida eterna.

(Oração de São Francisco de Assis)

RESUMO

O objetivo do trabalho foi fabricar ferramentas de corte para usinagem a partir de materiais em gradação funcional (*Functionally Graded Materials – FGM*), fazendo uso da técnica de sinterização por plasma pulsado (*Spark Plasma Sintering – SPS*), a qual permite taxa de aquecimento e resfriamento maior do que as técnicas tradicionais, menor temperatura e tempo de operação, melhor controle energético e alta repetibilidade. Os materiais utilizados foram pós cerâmicos a base de alumina ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$) e metal duro (WC-Co), de modo que dois insertos foram desenvolvidos, um de cerâmica branca ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$) em gradação com metal duro e outro de cerâmica mista ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$) em gradação com metal duro. A metodologia experimental levou em conta a aplicação de um modelo termo-mecânico para estimar a tensão residual térmica ao longo da espessura da ferramenta, estudo da influência dos parâmetros de sinterização por SPS (Temperatura e Pressão) sobre a qualidade do sinterizado (caracterização da propriedade física, densidade), com base nesses dados foi escolhida a melhor condição de operação para fabricar corpos de prova (CPs) para os ensaios mecânicos de resistência à flexão, dureza e tenacidade à fratura, além de insertos em FGM para os ensaios de usinagem em ferro fundido cinzento fazendo uso da operação de torneamento. Os resultados mostraram que o parâmetro de máquina que mais influenciou a densidade foi a Temperatura, os FGMs de AlTiC e AlZr obtiveram um aumento de 126 e 73% na resistência à flexão em relação às suas respectivas cerâmicas homogêneas, seguindo a sequência dos materiais, a dureza foi avaliada em 13,8 e 15,8 GPa, enquanto a tenacidade à fratura em 4,91 e 5,04 $\text{MPa.m}^{1/2}$. Quanto aos ensaios de usinagem, as ferramentas de FGM AlZr apresentaram menor desgaste do que as de FGM AlTiC , as forças de corte foram influenciadas pelas variáveis Avanço e Velocidade de corte, finalmente, o Avanço foi a variável que mais influenciou os resultados de rugosidade.

Palavras-chave: FGM. Sinterização. Ferramentas de corte. Usinagem.

ABSTRACT

The aim was fabricating cutting tools from functionally graded materials (FGM) by spark plasma sintering method (SPS), which allow heating and cooling rates higher than traditional methods, lower temperature and shorter time sintering, better energy control and high reproducibility. The materials used were ceramic powders based on alumina ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ and $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$) and cemented carbide (WC-Co), so that two inserts were developed, one of white ceramic ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$) graded with cemented carbide and the other of mixed ceramic ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$) graded with cemented carbide. The experimental methodology was developed from thermo-mechanical model application to estimate thermal residual stress along with tool thickness, study into the influence of SPS sintering parameters (Temperature and Pressure) over sintered quality (physical properties characterization, density), on the basis of these data, the best operating condition was chosen to fabricate workpieces for mechanical tests of flexural strength, hardness and fracture toughness, besides FGM inserts to machining tests in grey cast iron using turning operation. The results showed the machine parameter that mostly influenced density was Temperature; the AlTiC and AlZr FGMs got an increase of 126 and 73% in flexural strength in relation to their homogeneous ceramics. Following the materials sequence, the hardness was evaluated at 13.8 and 15.8 GPa, whereas the fracture toughness was 4.91 and 5.04 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$. For the machining tests, FGM AlZr cutting tools showed lower wear than FGM AlTiC ones; the cutting forces were influenced by Feed Rate and Cutting Speed. Finally, the Feed Rate was the variable that mostly influenced the roughness results.

Keywords: FGM. Sintering. Cutting tools. Machining.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Esquema de sinterização por SPS (adaptado de ZHAO et al., 2009).....	24
Figura 2 – Características da sinterização. a) Taxa de crescimento de pescoço; b) Pescoço e contorno de grão (adaptado de GERMAN, 1996).	29
Figura 3 – Contração em função da densidade a verde (adaptado de GERMAN, 1996).....	29
Figura 4 – (a) Estágio inicial, arranjo de partículas com interfaces deformadas; (b) Estágio intermediário, poros na forma de tubos abertos para a superfície; (c) Estágio final, densificação com crescimento de grão e poros esféricos não conectados à superfície (GERMAN, 1996).....	30
Figura 5 – Efeito de curvatura formando uma superfície plana (adaptado de GERMAN, 1996).	32
Figura 6 – Categorização da operação de sinterização (adaptado de GERMAN, 1996).	33
Figura 7 – Interações de solubilidade durante a sinterização com fase líquida (adaptado de GERMAN, 1996).....	36
Figura 8 – Esquema ilustrativo das fases de densificação durante a sinterização em fase-líquida (adaptado de UPADHYAYA, 2002).	37
Figura 9 – Ciclo de sinterização por HIP para WC-Co (adaptado de GERMAN, 1996).	38
Figura 10 – Efeito do tamanho de partícula na sinterização Al_2O_3 por HIP (adaptado de GERMAN, 1996).....	39
Figura 11 – Efeito dos principais parâmetros de densificação sobre a taxa de densificação (adaptado de KANG, 2005).....	42
Figura 12 – Representação dos diâmetros Feret e Martin (MASUDA; HIGASHITANI; YOSHIDA, 2006).	42
Figura 13 – Esquema de carregamento do ensaio de flexão em três pontos (adaptado de CALLISTER, 2001).	49
Figura 14 – Esquema ilustrativo da estrutura do implante, as partes em preto e branco são, respectivamente, Ti e HPA (WATARI et al., 1997).....	51
Figura 15 – Esquema ilustrativo da gradação funcional (NOMURA et al, 1999).....	52
Figura 16 – Micrografia do gradiente obtido, a esquerda está a superfície (FRYKHOLM; ANDRÉN, 2001).	52
Figura 17 – Micrografia da bicamada de WC-10%Co com diferente tamanho de partícula e distribuição do Co a partir de EDS (ESO, FANG; GRIFFO, 2005).	53
Figura 18 – (a) Esquema FGM, (b) Interface WCCo-WCCoH13, (c) Interface WCCoH13- H13 e (d) Interfaces WCCo-WCCoH13-H13 (MACHADO et al., 2009a).....	54
Figura 19 – Formação do cavaco e localização dos planos de cisalhamento primário e secundário (MACHADO et al., 2011).	55
Figura 20 – Materiais para ferramentas de corte (MACHADO et al., 2011).....	57

Figura 21 – Variação da dureza de alguns materiais de ferramentas de corte em função da temperatura (adaptado de SHAW, 2005).	57
Figura 22 – Campo de aplicação das Cerâmicas e CBN (PASTOR, 1987 apud MACHADO et al., 2011).	65
Figura 23 – Localização das três principais formas de desgaste em uma ferramenta de corte (adaptado de DEARNLEY; TRENT, 1982).	66
Figura 24 – Parâmetros utilizados para medir desgaste de ferramentas de corte (adaptado da ISO 3685:1993).	67
Figura 25 – Mecanismos de desgaste em ferramentas de corte (VIEREGE, 1970, apud KÖNIG; KLOCKE, 1997).	68
Figura 26 – Mecanismos de desgaste em ferramentas de corte (adaptado de TRENT; WRIGHT, 2000).	69
Figura 27 – Desgaste difusivo ferramenta K20 após usinar Ti6Al4V (MACHADO, 1990 apud MELO et al., 2006).	71
Figura 28 – Forças atuando na ferramenta de corte (adaptado de TRENT; WRIGHT, 2000).	73
Figura 29 – R_a altura média aritmética (adaptado de STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).	75
Figura 30 – R_q RMS raiz quadrada média (adaptado de STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).	75
Figura 31 – R_t altura do pico mais alto ao vale mais profundo (adaptado de GADELMAWLA et al., 2002).	76
Figura 32 – Microestruturas de ferros fundidos. (a) Cinzento; (b) Branco; (c) Maleável; (d) Nodular e (e) Vermicular (BARBOSA, 2009).	77
Figura 33 – O sistema é uma função que liga as variáveis de entrada (fatores) às variáveis de saída (respostas) (adaptado de NETO, SCARMINIO E BRUNS, 1995).	82
Figura 34 – Esquema de montagem do molde.	85
Figura 35 – Esquema ilustrativo da concepção das amostras.	86
Figura 36 – Esquema de montagem do molde para os FGMs de 6 camadas.	89
Figura 37 – Fluxograma do conjunto de atividades experimentais.	92
Figura 38 – Máquina de sinterização por SPS.	96
Figura 39 – Esquema de montagem do molde para os FGMs de 8 camadas.	97
Figura 40 – Preparação das amostras para medição de massas: (a) Chapa aquecedora para remoção de umidade, massa seca; (b) Em água para ferver, massa úmida; (c) Aparato de Archimedes, massa suspensa.	99
Figura 41 – Esquema dos moldes de grafite para os CPs: (a) Ensaio de Flexão; (b) insertos para o Ensaio de Usinagem.	100
Figura 42 – Concepção do inserto: (a) Projeto de molde; (b) Depois de retificada.	101
Figura 43 – Configuração do ensaio de flexão em três pontos.	102

Figura 44 – Representação da microestrutura do FC 250. (a) grafita na forma de veios; (b) matriz perlítica (Tupy, 2011).	104
Figura 45 – Montagem do sistema de aquisição de força de usinagem.	105
Figura 46 – Monitoramento da rugosidade.....	106
Figura 47 – Superfície de resposta para densidade relativa.....	108
Figura 48 – Micrografias das amostras sinterizadas com um patamar de 1 minuto. (a) 40 MPa Borda, (b) 40 MPa Meio, (c) 60 MPa Borda e (d) 60 MPa Meio.....	109
Figura 49 – Micrografias das amostras sinterizadas com um patamar de 3 minutos. (a) 40 MPa Borda, (b) 40 MPa Meio, (c) 60 MPa Borda e (d) 60 MPa Meio.....	109
Figura 50 – Micrografias FGM 3 camadas: (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+10v\%WC-Co}$ 12 min; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$ 12 min e (c) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 12 min.	111
Figura 51 – Micrografias FGM 6 camadas: (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	113
Figura 52 – Tensão residual térmica: 1º Conjunto (a) e (b); 2º Conjunto-corrigido (c) e (d).	114
Figura 53 – Micrografias FGM 6 camadas com modificações: (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	115
Figura 54 – Interface: (a) Mapa de elementos químicos do FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/WC-Co}$, 1 e 2ª camada; (b) Estabelecimento de ligações no contorno de grão (adaptado de GERMAN, 1996).	116
Figura 55 – Resultado preliminar do ensaio de flexão em três pontos.	116
Figura 56 – Comparação de forças de corte entre FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e P30/40.	117
Figura 57 – Morfologia e mapeamento químico. (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (c) WC-Co.	120
Figura 58 – DRX pós de partida (radiação $\text{Cu K}\alpha$, 45 kV/40 mA, passo de $0,02^\circ$, tempo de 50 min). (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (c) WC-Co.	121
Figura 59 – Influência das variáveis Temperatura e Material sobre a densidade relativa... ..	122
Figura 60 – Rebarba em sinterizados a 1350°C e 80 MPa.	123
Figura 61 – Microscopia óptica dos FGMs com oito camadas no substrato: (a) FGM AlTiC ; (b) FGM AlZr	124
Figura 62 – Estimativa de tensão residual térmica: (a) FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	125
Figura 63 – Análise química destaca a variação da fração de volume nas camadas dos FGMs: (a) FGM AlTiC ; (b) FGM AlZr	125
Figura 64 – Micrografias da 1 e 2ª camadas: (a) Teste 1 FGM AlTiC (1200°C e 50 MPa); (b) Teste 2 FGM AlZr (1200°C e 50 MPa); (c) Teste 7 FGM AlTiC (1350°C e 80 MPa); (d) Teste 8 FGM AlZr (1350°C e 80 MPa).	126
Figura 65 – Monitoramento da sinterização por SPS. (a) FGM AlTiC ; (b) FGM AlZr . DM - Deslocamento por ação Mecânica.	130

Figura 66 – Evolução da sinterização da $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. (a) A 620°C tendência de formar pescoço; (b) A 920°C mesma disposição e (c) A 1350°C denso, o tom de cor clara refere-se a ZrO_2 .	131
Figura 67 – DRX dos sinterizados (radiação $\text{Cu K}\alpha$, 45 kV/40 mA, passo de 0,02°, tempo de 50 min). (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (c) WC-Co .	131
Figura 68 – Dispersão do resíduo.	133
Figura 69 – Resultado dos ensaios de flexão em três pontos.	134
Figura 70 – Ferramentas de corte em FGM. À esquerda tem-se os inserts de FGM AlTiC (preta), à direita as de FGM AlZr (branca) e em amarelo a comercial de Si_3N_4 .	135
Figura 71 – Ferramentas em FGM montadas no suporte CSRR 2525 M12-4.	136
Figura 72 – Influência das variáveis Material e v_c sobre o desgaste.	138
Figura 73 – Evolução do desgaste. (a) Percurso de avanço (L_f); (b) Tempo de corte.	139
Figura 74 – Avaria (lascamento) FGM AlTiC . Testes 1 (a) Superfície de saída; (b) Flanco da aresta principal de corte e Teste 3 (c) Superfície de saída; (d) Flanco da aresta principal de corte.	140
Figura 75 – Desgaste FGM AlTiC v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm (Teste 7). (a) Sem desgaste; (b) $L_f = 30$ mm (0,2 min) VB_B 0,404 mm; (c) $L_f = 120$ mm (0,7 min) VB_B 0,524 mm; (d) $L_f = 240$ mm (1,4 min) VB_B 0,539 mm; (e) Superfície de saída $L_f = 360$ mm (2,1 min); (f) $L_f = 360$ mm (2,1 min) VB_B 0,561 mm.	141
Figura 76 – Desgaste FGM AlZr v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm (Teste 8). (a) Sem desgaste; (b) $L_f = 30$ mm (0,2 min) VB_B 0,113 mm; (c) $L_f = 120$ mm (0,7 min) VB_B 0,135 mm; (d) $L_f = 240$ mm (1,3 min) VB_B 0,153 mm; (e) Superfície de saída $L_f = 360$ mm (2,0 min); (f) $L_f = 360$ mm (2,0 min) VB_B 0,157 mm.	142
Figura 77 – Desgaste Si_3N_4 v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm. (a) $L_f = 30$ mm (0,1 min) VB_B 0,055 mm; (b) $L_f = 240$ mm (1,1 min) VB_B 0,080 mm; (c) Superfície de saída $L_f = 360$ mm; (d) $L_f = 360$ (1,6 min) VB_B 0,109 mm.	143
Figura 78 – Aglomerados de TiC (tom escuro), alguns indicados por seta (1350°C, 80 MPa). (a) FGM AlTiC 1 e 2ª Camadas; (b) 1ª Camada (homogênea).	144
Figura 79 – Mapeamento químico das ferramentas na condição de corte de nível superior. (a), (c) e (e) Superfície de saída analisada; (b), (d) e (f) Mapeamento.	145
Figura 80 – Influência das variáveis f e v_c sobre a força de corte.	147
Figura 81 – Evolução de F_c durante a usinagem.	148
Figura 82 – Forças de corte: Força de corte (F_c); Força de avanço (F_f); Força passiva (F_p). (a) Teste 7 FGM AlTiC ; (b) Teste 8 FGM AlZr ; (c) Si_3N_4 referência.	149
Figura 83 – Evolução de R_a .	152
Figura 84 – Evolução de R_q .	153
Figura 85 – Evolução de R_t .	153

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Varáveis que afetam a sinterabilidade e a microestrutura.	41
Tabela 2 – Relação dos mecanismos de sinterização com o expoente de escala.	43
Tabela 3 – Aplicação e classificação de Metal Duro.	60
Tabela 4 – Definição de Valores de KT.....	67
Tabela 5 – Quadro de análise de variância completo.....	81
Tabela 6 – Planejamento fatorial 2^3	82
Tabela 7 – Planejamento experimental 2^2 WC-Co.	85
Tabela 8 – Planejamento experimental 2^2 FGM 3 camadas.....	87
Tabela 9 – Fração de volume dos constituintes (1° C onjunto).	88
Tabela 10 – Fração de volume dos constituintes (2° Conjunto).	89
Tabela 11 – Fração de volume dos FGMs.	94
Tabela 12 – Planejamento fatorial 2^3 – Operação de sinterização.	96
Tabela 13 – Composição química do FC 250 (Tupy, 2011).	103
Tabela 14 – Planejamento fatorial 2^3 – Ensaio de usinagem.	104
Tabela 15 – Resultado do planejamento para densidade relativa.	107
Tabela 16 – Análise de significância para densidade relativa.	107
Tabela 17 – Resultados de densidade relativa para misturas de alumina com metal duro.	110
Tabela 18 – Análise de significância para misturas de alumina com metal duro.	110
Tabela 19 – Resultados de densidade relativa para Al_2O_3 -TiC e Al_2O_3 +30vol%WC-Co.	111
Tabela 20 – Análise de significância para Al_2O_3 -TiC e Al_2O_3 +30vol%WC-Co.	111
Tabela 21 – Resultados de densidade relativa para FGM 6 camadas.	112
Tabela 22 – Resultados de densidade relativa para FGM 6 camadas modificado.	115
Tabela 23 – Análise química de elementos, valores expressos em % de óxidos.	119
Tabela 24 – Resultados de densidade relativa para o planejamento 2^3	121
Tabela 25 – Análise de significância do planejamento 2^3 – Sinterização/densidade.	122
Tabela 26 – Resultados de resistência à flexão em MPa.....	132
Tabela 27 – ANOVA para tratamentos (aluminas e FGMs).....	132
Tabela 28 – ANOVA para tratamentos (AlTiC e FGM AlTiC).	133
Tabela 29 – ANOVA para tratamentos (AlZr e FGM AlZr).....	133
Tabela 30 – Resultados de dureza e tenacidade à fratura.	135
Tabela 31 – Resultados de desgaste.....	136
Tabela 32 – Análise de significância do planejamento 2^3 – Desgaste.	137

Tabela 33 – Resultados de força de corte (Fc).	146
Tabela 34 – Análise de significância do planejamento 2 ³ – Força de corte.	147
Tabela 35 – Resultados de Ra.....	150
Tabela 36 – Resultados de Rq.....	150
Tabela 37 – Resultados de Rt.....	151
Tabela 38 – Análise de significância para Ra.....	151
Tabela 39 – Análise de significância para Rq.....	151
Tabela 40 – Análise de significância para Rt.....	151

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

Al ₂ O ₃	Alumina
Al ₂ O ₃ -ZrO ₂	Cerâmica branca
Al ₂ O ₃ -TiC	Cerâmica mista ou preta
CPs	Corpos de prova
CVD	Deposição química de vapor (<i>Chemical Vapour Deposition</i>)
DRX	Difratometria de raios-X
EDS	Espectrometria de energia dispersiva de raios-X
FGM	Material em gradação funcional (<i>Functionally graded material</i>)
FGM AlTiC	Material em gradação funcional de Al ₂ O ₃ -TiC e WC-Co
FGM AlZr	Material em gradação funcional de Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ e WC-Co
FRX	Espectrometria por fluorescência de raios-X
HP	Prensagem a quente (<i>Hot pressing</i>)
HIP	Prensagem isostática a quente (<i>Hot isostatic pressing</i>)
IC	Intervalo de confiança
K20	Classe de pó de metal duro com 6,5% em massa de Co
LPS	Sinterização com fase líquida (<i>Liquid-phase sintering</i>)
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
m-ZrO ₂	Fase monoclíca da zircônia
P/M	Metalurgia do pó (<i>Powder metallurgy</i>)
PVD	Deposição física de vapor (<i>Physical Vapour Deposition</i>)
Si ₃ N ₄	Nitreto de silício
SPS	Sinterização por plasma pulsado (<i>Spark plasma sintering</i>)
TiC	Carboneto de titânio
t-ZrO ₂	Fase tetragonal da zircônia
WC-Co	Metal duro
ZrO ₂	Zircônia

LISTA DE SÍMBOLOS

V_s	Fração de volume da fase sólida	%
V_p	Fração de volume de porosidade	%
ρ_{exp}	Densidade experimental	g/cm ³
$\rho_{teór}$	Densidade teórica	g/cm ³
D	Diâmetro da partícula	μm
dn	Variação no número de átomos	
dD	Variação no diâmetro	μm
dV	Variação no volume	μm ³
m_1	Massa seca	g
m_2	Massa úmida	g
m_3	Massa suspensa	g
T	Temperatura	°C
ρ_{H_2O}	Densidade da água	g/cm ³
K_{IC}	Tenacidade à fratura modo I	MPa.m ^{1/2}
VB_{Bmax}	Desgaste de flanco máximo	mm
VB_B	Desgaste de flanco médio	mm
VB	Desgaste no flanco	mm
F_c	Força de corte	N
F_f	Força de avanço	N
F_p	Força passiva	N
v_c	Velocidade de corte	m/min
f	Avanço	mm/volta
a_p	Profundidade de corte	mm
L_f	Percurso de avanço	mm
R_a	Parâmetro de rugosidade média	μm
R_q	Parâmetro de rugosidade RMS	μm
R_t	Parâmetro de rugosidade altura total ou máxima do perfil	μm
α	Nível de significância	%
	Coeficiente de expansão térmica	10 ⁻⁶ K ⁻¹
E	Módulo de elasticidade	GPa
σ_r	Tensões de equilíbrio	GPa
M_t	Equilíbrio de momentos	N.mm
σ_{res}	Tensão residual térmica	GPa
p	Significância observada	

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
1.1 OBJETIVO	26
1.2 ESTRUTURA DO DOCUMENTO	26
2 REVISÃO DA LITERATURA	27
2.1 SINTERIZAÇÃO	27
2.1.1 Definições referentes à operação de sinterização	27
2.1.2 Características da operação de sinterização	30
2.1.3 Categorias de sinterização e abordagem estado-sólido e fase líquida	33
2.1.4 Sinterização de WC-Co, Al_2O_3 e compósitos	37
2.1.5 Técnica de sinterização por SPS	40
2.2 EFEITO DOS PRINCIPAIS PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO NA DENSIFICAÇÃO	41
2.2.1 Tamanho de partícula	42
2.2.2 Composição química	43
2.2.3 Temperatura	44
2.2.4 Pressão	44
2.2.5 Tempo de sinterização	45
2.2.6 Atmosfera	45
2.3 CARACTERIZAÇÃO DE SINTERIZADOS	45
2.3.1 Tamanho de grão	46
2.3.2 Densidade	46
2.3.3 Dureza	47
2.3.3.1 Macroendentação (Vickers)	47
2.3.4 Tenacidade à fratura	48
2.3.5 Ensaio de flexão	48
2.4 MATERIAL COM GRADAÇÃO FUNCIONAL (FGM)	49
2.4.1 Pesquisas relacionadas com FGM	50
2.5 USINAGEM	55
2.5.1 Materiais para ferramentas de corte	56
2.5.2 Tipos de destruição de ferramentas de corte	65
2.5.2.1 Avaria	65
2.5.2.2 Desgaste	66
2.5.2.3 Deformação plástica	67

2.5.3 Mecanismos de desgaste	68
2.5.3.1 Deformação plástica superficial por cisalhamento a altas temperaturas	69
2.5.3.2 Deformação plástica da aresta de corte sob altas tensões de compressão	69
2.5.3.3 Desgaste difusivo	70
2.5.3.4 Desgaste por aderência e arrastamento – <i>Attrition</i>	71
2.5.3.5 Desgaste abrasivo	71
2.5.3.6 Desgaste de entalhe	72
2.5.4 Forças de corte	73
2.5.5 Rugosidade da superfície	74
2.5.6 Usinagem de ferro fundido	76
2.5.6.1 Ferros fundidos	76
2.5.6.2 Torneamento de ferro fundido cinzento	77
2.6 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS	79
2.6.1 Análise de variância <i>one way</i>	79
2.6.2 Planejamento fatorial 2^k	81
3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	84
3.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – PRÉ-TESTES	84
3.1.1 Influência dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co	84
3.1.1.1 Materiais	84
3.1.1.2 Equipamentos	84
3.1.1.3 Métodos	84
3.1.2 Sinterização de FGMs com três camadas no substrato	86
3.1.2.1 Materiais	86
3.1.2.2 Equipamentos	86
3.1.2.3 Métodos	86
3.1.3 Sinterização de FGMs com seis camadas no substrato	87
3.1.3.1 Materiais	87
3.1.3.2 Equipamentos	88
3.1.3.3 Métodos	88
3.1.4 Ensaio mecânico preliminar	90
3.1.4.1 Materiais	90
3.1.4.2 Equipamentos	90
3.1.4.3 Métodos	90
3.1.5 Teste de usinagem preliminar	91
3.1.5.1 Materiais	91
3.1.5.2 Equipamentos	91

3.1.5.3 Método	92
3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – TESTES	92
3.2.1 Preparação e caracterização dos pós	93
3.2.1.1 Materiais.....	93
3.2.1.2 Equipamentos	93
3.2.1.3 Método	93
3.2.2 Planejamento experimental 2³ para a operação de sinterização	95
3.2.2.1 Materiais.....	95
3.2.2.2 Equipamentos	96
3.2.2.3 Método	96
3.2.3 Caracterização do sinterizado	97
3.2.3.1 Materiais.....	98
3.2.3.2 Equipamentos	98
3.2.3.3 Método	98
3.2.4 Sinterização dos corpos de prova (CPs).....	99
3.2.5 Ensaios mecânicos.....	101
3.2.5.1 Materiais.....	101
3.2.5.2 Equipamentos	101
3.2.5.3 Métodos	101
3.2.6 Planejamento experimental 2³ para o ensaio de usinagem	103
3.2.6.1 Materiais.....	103
3.2.6.2 Equipamentos	104
3.2.6.3 Método	104
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO	107
4.1 RESULTADOS DOS PRÉ-TESTES	107
4.1.1 Influência dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co	107
4.1.2 Sinterização de FGMs com três camadas no substrato.....	110
4.1.3 Sinterização de FGMs com seis camadas no substrato	112
4.1.4 Ensaio mecânico preliminar.....	116
4.1.5 Teste de usinagem preliminar.....	117
4.2 RESULTADOS DOS TESTES.....	119
4.2.1 Caracterização dos pós.....	119
4.2.2 Caracterização do sinterizado	121
4.2.2.1 Etapa de sinterização	127
4.2.3 Ensaios mecânicos.....	132
4.2.4 Ensaios de usinagem	135

4.2.4.1 Resultados de desgaste	136
4.2.4.2 Resultados de forças de corte	146
4.2.4.3 Resultados de rugosidade	150
5 CONCLUSÕES.....	155
5.1 CONCLUSÕES DOS PRÉ-TESTES.....	155
5.2 CONCLUSÕES DOS TESTES.....	156
6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	159
REFERÊNCIAS	161

1 INTRODUÇÃO

A operação de sinterização é conhecida há milhares de anos. Um dos primeiros produtos sinterizados foram os tijolos, aquecidos e resfriados para ganhar resistência. Especificando, cronologicamente, metais e cerâmicas egípcias sinterizadas datam de 3000 A.C. As colunas de Delhi na Índia feitas a partir de pó de magnetita são de 300 D.C. Jóias de ouro-platina Incas datam 1200 D.C., na qual fizeram uso de técnica similar às atuais de sinterização de carbonetos com uso de ligantes de menor ponto de fusão. Entre os séculos XVIII e XIX houve um dos mais importantes estágios de desenvolvimento para a metalurgia do pó moderna, devido aos registros feitos da metalurgia do pó da platina. Por sua vez, a era moderna se caracterizou pelo uso de pó de tungstênio por William Coolidge, em 1910, no desenvolvimento de um filamento durável para a lâmpada de Thomas Edison. Schröter, em 1923, desenvolveu o metal duro como uma alternativa ao diamante natural. Finalmente, na última parte do século XX houve um enorme crescimento na prática da sinterização, especialmente com a criação de cerâmicas com características técnicas específicas (resistência ao desgaste em altas temperaturas, tenacidade à fratura, propriedades eletrônicas, etc.). Atualmente, a sinterização é empregada para uma ampla faixa de produtos, pois os pós exibem caráter fluídico o que permite fácil moldagem, economia de material na fabricação e melhoria nas propriedades (GERMAN, 1996; ASM, 1998).

Dessa forma, surge o sofisticado processo de metalurgia do pó (P/M) que consiste, basicamente, nas operações de síntese do pó, compactação e sinterização (ASM, 1989 e 1998; RAHAMAN, 2003), na qual a densificação do material ocorre a temperaturas entre 70 e 90% do ponto de fusão do seu principal constituinte (KALPAKJIAN; SCHMID, 2006). Assim, Kang (2005) conceitua sinterização como uma técnica de processamento usada para produzir materiais e componentes com densidade controlada a partir de pós metálicos ou cerâmicos aplicando energia térmica.

Quanto às técnicas de sinterização existe uma variedade muito grande; no que se refere às tradicionais pode-se citar a convencional, em que não há aplicação de pressão ao compacto, alcança temperaturas entre 1200 e 2800°C dependendo do elemento do forno (fonte de calor), pode ou não ter controle de atmosfera. E aquelas que usam aplicação de pressão, como a prensagem a quente (HP) e a prensagem isostática a quente. Na primeira a carga é aplicada uniaxialmente ao pó dentro de um molde, em geral, de grafite (pressão moderada 10-75 MPa), com temperatura de operação de até 2000°C, podendo fazer uso de atmosfera controlada. Na última a pressão é aplicada isostaticamente ao compacto por meio de gás inerte dentro de um vaso de pressão (~300 MPa), podendo alcançar até 2000°C. Em

ambos os casos o aquecimento é externo à amostra por fonte elétrica (KANG, 2005; RAHAMAN, 2008).

Zhao e outros (2008) citam que dentre as diferentes técnicas de promover a sinterização, as tradicionais têm desvantagem na preparação de volumes por não serem eficientes na remoção de poros, incitarem o crescimento de grãos e quando utilizando inibidores estes se precipitam nas interfaces podendo reduzir a resistência e a tenacidade do sinterizado. Dessa forma, afirmam que a relação entre a microestrutura e as propriedades mecânicas pode ser construída e dominantemente afetada pelo processo de sinterização utilizado. Assim, numerosos métodos têm sido desenvolvidos aplicando novas rotas de aquecimento para melhorar os resultados finais, uma dessas técnicas é denominada de Sinterização por Plasma Pulsado (*Spark Plasma Sintering – SPS*).

Utilizar a técnica de SPS é vantajosa em relação aos métodos já citados, porque, segundo Tokita (2000), ocorre em temperaturas mais baixas, com menor tempo de operação, maior controle energético, maior velocidade de sinterização e alta repetibilidade, devido a uma elevada descarga de corrente elétrica contínua, mas na forma de pulsos, no molde de grafite e no pó sob compressão uniaxial, de modo, a promover o rápido aquecimento do mesmo por efeito Joule e/ou transferência de calor, ver Fig. 1. Cita ainda ser um método apropriado para ser usado na fabricação de materiais em gradação funcional (FGM), compostos intermetálico, cerâmicas reforçadas com fibras (FRC), compósitos de matriz metálica (MMC) e materiais nanocristalinos. Além disso, Trombini e outros (2007) citam que a sinterização por SPS tem um consumo energético em torno de um terço a um quinto dos métodos tradicionais. Assim, se tem a densificação de amostras com temperaturas mais controladas e processadas em um tempo mais curto, implicando em um melhor controle de porosidade, crescimento de grão e transformações de fase (GROZA; ZAVALANGOS, 2000).

Figura 1 – Esquema de sinterização por SPS (adaptado de ZHAO et al., 2009).

Um dos maiores consumidores de material sinterizado é a indústria metal-mecânica de usinagem (DINIZ, MARCONDES; COPPINI, 2000; MORIGUCHI et al., 2007). Trent e Wright (2000) e Machado e outros (2011) citam que a usinagem é um dos mais comuns processos de fabricação, que utiliza uma ferramenta de corte constituída de um material mais duro do que o da peça para a remoção dos excessos na forma de cavaco.

Contudo, a dureza é uma propriedade normalmente oposta à tenacidade, e na usinagem de materiais frágeis e/ou operações de corte interrompido (fresamento) são necessários materiais de ferramentas com tenacidade suficiente para suportar esforços mecânicos e choques térmicos (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 2000).

Machado e outros (2011) citam que o material ideal para ferramenta de corte seria aquele que tivesse, hipoteticamente, a dureza do diamante natural, devido à resistência ao desgaste, à tenacidade do aço rápido, por causa da sua resistência à fratura, e à inércia química da alumina, devido às reações químicas na interface cavaco-ferramenta sob alta temperatura e pressão. Todavia, não existe um material homogêneo com essas propriedades, assim, uma aproximação pode ser admitida, atualmente, fazendo uso da operação de Sinterização por Plasma Pulsado (SPS) para fabricar materiais em gradação funcional (*Functionally Gradient Materials – FGM*).

Mott e Evans (1999) definem materiais em gradação funcional FGM como um material de duas fases, na qual a fração de volume da segunda aumenta através da espessura do material em um gradiente que pode ser contínuo ou em camadas. O gradiente contínuo caracteriza-se por uma transição suave através da microestrutura, enquanto o em camadas por mudanças abruptas, devido a limitações na rotina de fabricação. Com isso, se tem um material com uma variação gradual na composição química e, conseqüentemente, nas propriedades (MEYERS; CHAWLA, 2009).

As comparações que podem ser feitas sobre esse assunto baseado no mercado são os revestimentos tribológicos sobre o substrato da ferramenta, que servem para produzir uma superfície dura e resistente ao desgaste, mas com um núcleo tenaz (NORDIN et al., 1998; KATHREIN et al., 2005; FOX-RABINOVICH et al., 2010), e os insertos de PCD e PCBN (ultraduros) brasados em metal duro, fabricados a partir de materiais mais e menos nobres. Porém, em ambos os casos a transição de uma camada para outra não tem aspecto gradativo.

1.1 OBJETIVO

O objetivo do trabalho foi fabricar ferramentas de corte cerâmicas a base de alumina em gradação funcional com metal duro sinterizadas por SPS. Para tanto, alguns parâmetros de sinterização foram avaliados e a melhor condição foi indicada baseada na caracterização da propriedade física, densidade, e na análise da microestrutura. Em seguida, as estruturas em FGM foram ensaiadas mecanicamente para a caracterização e submetidas a ensaios de usinagem para avaliar a resistência ao desgaste, as forças de corte e a rugosidade da superfície da peça usinada.

1.2 ESTRUTURA DO DOCUMENTO

A apresentação do texto da tese está estruturada em seis capítulos, incluindo esta introdução, que é o primeiro. No capítulo 2 será realizada a revisão da literatura, no capítulo 3 apresentar-se-á o procedimento experimental, no capítulo 4 os resultados e discussão, no capítulo 5 as conclusões e no capítulo 6 sugestões para trabalhos futuros, em seguida, as referências serão listadas.

2 REVISÃO DA LITERATURA

A revisão da literatura está dividida na contextualização da operação de sinterização e caracterização do sinterizado; definição de FGM; processo de usinagem com discussão sobre materiais de ferramenta de corte, tipos de destruição e mecanismos de desgaste das ferramentas, forças de corte, rugosidade da peça e usinagem de ferro fundido cinzento; enfim, planejamento de experimentos.

2.1 SINTERIZAÇÃO

Produtos sinterizados, em geral, possuem maior precisão dimensional do que os fundidos, porém menor do que os usinados. No entanto, o custo inferior de fabricação, aliado a característica fluídica do pó, que permite a obtenção de geometrias complexas e com maior controle de propriedades, torna os objetos sinterizados aplicáveis para uma ampla faixa de produtos. Por isso, se tem buscado entender esta operação com a intenção de minimizar defeitos, uma vez que estes tendem a se intensificar durante a sinterização (GERMAN, 1996; ASM, 1998; UPADHYAYA, 2002). Este item está dividido em três partes, que trazem a fundamentação teórica da sinterização através de definições, características e categorização da operação.

2.1.1 Definições referentes à operação de sinterização

Sinterização é um tratamento térmico que une as partículas do pó formando uma estrutura sólida via eventos de transporte de massa que frequentemente ocorre em escala atômica. Essa ligação entre as partículas, bem como o devido controle microestrutural, beneficia enormemente as propriedades do material (GERMAN, 1996).

Nas etapas do processo da metalurgia do pó, a compactação é importante para dar forma e promover uma maior densidade de empacotamento, no entanto pós mesmo que prensados não preenchem efetivamente os espaços, permitindo, então, a presença de porosidade entre as partículas. Essa estrutura porosa inicial é definida como estado à verde, referindo-se a condição pré-sinterização. Neste estado essa estrutura também é denominada de compacto ou consolidado, sendo, geralmente, frágil; pílulas, são exemplos comuns de pós prensados (GERMAN, 1984; ASM, 1998; UPADHYAYA, 2002; KANG, 2005).

A densidade de uma estrutura compacta ou sinterizada, comumente referida como densidade relativa, é expressa como uma fração ou porcentagem da densidade teórica do sólido, designada por V_s (fração de volume da fase sólida). Portanto, $V_s = \rho_{exp} / \rho_{teór}$, onde,

ρ_{exp} , é a densidade obtida experimentalmente (princípio de Archimedes, por exemplo) e, $\rho_{teór}$, é a densidade teórica do sólido, livre de poros. Por sua vez, a fração de espaços vazios (fração de volume de porosidade), V_p , mais a fração sólida é por definição igual a 1 (ISO 10545-3:1995; GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2008). Assim, eq.(2.1),

$$V_p + V_s = 1 \quad (2.1)$$

A densidade a verde refere-se à densidade antes da sinterização, cujas propriedades do compacto são inferiores a do material sinterizado. Assim, se torna relevante citar que a densidade é uma das mais importantes variáveis de saída que envolve o estudo da sinterização, se relacionando com a cinética do processo e se correlacionando com muitas propriedades do material processado, porém não deve ser analisada isoladamente, pois pode ser um parâmetro enganoso; a microestrutura também deve ser considerada (RAHAMAN, 2003).

Durante a sinterização a área superficial, S , diminui do valor inicial, S_0 . A perda da área superficial é medida pelo parâmetro adimensional, $\Delta S/S_0$, que provém uma indicação do grau de sinterização, eq.(2.2) (GERMAN, 1984).

$$\frac{\Delta S}{S_0} = (S_0 - S) \cdot \frac{1}{S_0} = 1 - \frac{S}{S_0} \quad (2.2)$$

Outra medida que caracteriza a operação é a relação de crescimento de pescoço, X/D . Durante a compactação e sinterização, o contato entre as partículas aumenta com o grau de densificação. Uma hipótese para esse crescimento pode ser tomada pela razão entre um círculo de diâmetro, X (diâmetro do pescoço), e uma partícula de diâmetro, D , ver Fig. 2 (a). No entanto, como cada partícula é composta de átomos, geralmente formando um arranjo cristalino, o pescoço tem a propensão de ser uma região de contorno de grão, aberta, onde os cristais se encontram e as ligações atômicas não estão totalmente estabelecidas, Fig. 2 (b) (GERMAN, 1996).

Figura 2 – Características da sinterização. a) Taxa de crescimento de pescoço; b) Pescoço e contorno de grão (adaptado de GERMAN, 1996).

Contração ou *shrinkage* refere-se a uma diminuição nas dimensões lineares do sinterizado, sendo a variação dimensional linear, $\Delta L/L_0$, uma medida frequentemente utilizada (RAHAMAN, 2003; KANG, 2005).

Medidas tais como densidade e contração são fáceis de serem executadas e evidenciam informações importantes sobre mudanças microscópicas durante a sinterização (GERMAN, 1985).

A Figura 3 mostra a relação entre a contração linear e a densidade a verde como um percentual da teórica para dois níveis de densidade final 95 e 100%. Pode-se observar que uma baixa densidade resulta em uma considerável variação dimensional durante o tratamento térmico se o objetivo for a completa densificação. Portanto, embora alta densidade a verde seja desejável, existe também o benefício do baixo nível de contração, ou seja, maior controle dimensional.

Figura 3 – Contração em função da densidade a verde (adaptado de GERMAN, 1996).

O parâmetro densificação, Ψ , é a variação na densidade, devido à sinterização, dividido pela mudança necessária para atingir um sólido livre de poros, eq.(2.3).

$$\Psi = \frac{V_s - V_G}{1 - V_G} \quad (2.3)$$

Onde V_G é a fração de volume da fase sólida à verde (densidade a verde), e 100% de densificação corresponde que o compacto alcançou a densidade teórica (GERMAN, 1984; ASTHANA, KUMAR, DAHOTRE, 2006).

Segundo German (1996), os estágios clássicos da sinterização podem ser elucidados como categorias geométricas para análise do processo de fluxo de massa. Para muitos casos o ponto inicial consiste de um arranjo de partículas em contato, de modo que as ligações tendem a se iniciar nessas interfaces. Com o decorrer da sinterização esse contato cresce em tamanho com extensiva perda de área superficial, como mostra a Fig. 4 (a). O estágio intermediário caracteriza-se por poros mais arredondados com aspecto tubular, aberto para a superfície do compacto, na qual gases podem permear pela estrutura, ver Fig. 4 (b). Consequentemente, muitas estruturas são sinterizadas neste estágio para aproveitar essa porosidade, por exemplo, sensor corta-chamas. Em um sólido cristalino os contornos de grão são geralmente estruturas abertas. Conforme, os poros se fecham, o estágio final da sinterização ocorre com aumento de densidade, crescimento de grão e poros esferoidizados não conectados à superfície do compacto sendo suprimidos, Fig. 4 (c), todavia, estes poros remanescentes podem conter gases aprisionados de difícil remoção.

Figura 4 – (a) Estágio inicial, arranjo de partículas com interfaces deformadas; (b) Estágio intermediário, poros na forma de tubos abertos para a superfície; (c) Estágio final, densificação com crescimento de grão e poros esféricos não conectados à superfície (GERMAN, 1996).

2.1.2 Características da operação de sinterização

As variáveis de operação, as reações químicas e a qualidade do pó influenciam os mecanismos de transporte de massa, que por sua vez, afetam os resultados das características microestruturais, tendo consequência nas propriedades do sinterizado. Em uma escala microestrutural a ligação de sinterização é suposta como um crescimento de pescoço coesivo na interface de contato entre as partículas (ASM, 1998). Assim, German

(1996) sugere que a energia de superfície e a mobilidade atômica sejam incluídas como uma primeira visão de modelo para taxa de sinterização.

Dessa forma, a energia de superfície é avaliada pela área superficial, de modo que, pequenas partículas possuem elevada área de superfície e maior energia por unidade de volume, o que proporciona uma sinterização mais rápida. Nesse ínterim, o modelo sugerido considera a superfície plana e a partícula esférica de diâmetro, D , volume, V ($V = \frac{\pi}{6} D^3$) e área superficial, A ($A = \pi D^2$), em proximidade, como base para entender a diferença de energia associada à curvatura da superfície durante a sinterização.

O volume da esfera representa um conjunto de n átomos com volume, Ω , assim, $V = n\Omega$. Se a esfera sofre variação no número de átomos, dn , existirá consequentemente uma mudança no diâmetro, dD , e no volume, dV , eq.(2.4).

$$dV = \Omega dn = \frac{\pi D^2 dD}{2} \quad (2.4)$$

Sabendo que uma diferença de potencial químico, ΔU , existirá entre a superfície plana e a esfera, devido à maior área de superfície por unidade de volume da esfera, relaciona-se esta diferença de potencial com a variação da energia de superfície, γ , e com a adição de novos átomos a esfera, eq.(2.5):

$$\Delta U = \gamma \frac{dA}{dn} = \gamma \cdot 2\pi D \frac{dD}{dn} \quad (2.5)$$

Porém, se nota da eq.(2.4) que $dD/dn = 2\Omega/A$, levando a diferença de potencial químico entre esfera e superfície plana a eq.(2.6):

$$\Delta U = \frac{4\gamma\Omega}{D} \quad (2.6)$$

Essa equação evidencia que a energia em excesso por átomo na esfera é inversamente proporcional ao tamanho da partícula, sendo que as menores são mais energéticas.

Então, num sistema consistindo de uma mistura de superfícies côncavas e convexas, existe um gradiente de energia na microestrutura que dirige o transporte de massa. A Figura 5 mostra que uma superfície sólida côncava tende a preencher, enquanto uma convexa a aplainar.

Figura 5 – Efeito de curvatura formando uma superfície plana (adaptado de GERMAN, 1996).

Sendo assim, em um pó compactado consistindo de uma mistura de poros e partículas, o efeito da sinterização é eliminar a superfície de curvatura, sendo que as partículas esféricas são as superfícies convexas (fonte de massa) e os poros são as superfícies côncavas, que recebem essa massa para o preenchimento dos vazios.

A adição de átomos à partícula esférica conduz a um aumento de energia que é equivalente a uma tensão (ou pressão), σ , que é contrária ao crescimento do volume, eq.(2.7).

$$\sigma dV = \Delta U dn \quad (2.7)$$

Substituindo a equação 2.4 e 2.6 nesta última, essa tensão associada à energia de superfície da partícula é a dada pela eq.(2.8).

$$\sigma = \frac{4\gamma}{D} \quad (2.8)$$

Note que uma superfície plana tem $D \rightarrow \infty$, então $\sigma \rightarrow 0$. Na sinterização a altas temperaturas esta tensão direciona o fluxo mássico para promover a ligação entre as partículas e remover as superfícies de curvatura do sistema (superfícies livres). Dessa forma, a área superficial (energia de superfície) diminui e a escala microestrutural aumenta. Portanto, a tensão superficial é semelhante à pressão necessária para distorcer o volume com a tendência de formar um plano.

Quanto à mobilidade, a temperatura proporciona a energia para o movimento atômico mais rápido que permite sinterizar em resposta à tensão (força motora) aplicada, além disso, muitos processos de sinterização são termicamente ativados, significando que uma energia de entrada é necessária para o fluxo mássico. Dessa forma, German conclui que dois fatores são importantes para o transporte de massa: mobilidade e tensão.

Embora, esse modelo seja simples para compreender a sinterização sob a influência da energia de superfície e mobilidade (temperatura), esta não é a única força motora (*driving force*). Reed (1995); German (1996); ASM (1998); Rahaman (2008) associam a essa força

pelo menos: pressão aplicada, reações químicas, tempo de sinterização, taxa de aquecimento, formação de fase líquida e atmosfera.

2.1.3 Categorias de sinterização e abordagem estado-sólido e fase líquida

Segundo Kang (2005), o processo de sinterização pode ser dividido basicamente em dois tipos: estado sólido e com presença de fase líquida. No entanto, German (1996) discorda e cita que a pressão é a primeira consideração que deve ser feita, como mostrado na Fig. 6, sendo que uma maior distinção entre as técnicas de sinterização sem pressão está entre aquelas que ocorrem no estado-sólido e com fase-líquida.

Figura 6 – Categorização da operação de sinterização (adaptado de GERMAN, 1996).

A aplicação de pressão durante a sinterização é mais útil no processamento de materiais que não são sensíveis ao ciclo convencional, por exemplo, compósitos e intermetálicos, que necessitam de alta temperatura para o tratamento. Dessa forma, a pressão aplicada pode ser baixa, implicando em densificação controlada por escoamento viscoso/fluência, ou alta, por deformação plástica. Esta última tende a ser rápida, principalmente, em metais se a tensão efetiva exceder o campo de escoamento do material. Em geral, a aplicação da pressão é hidrostática (prensagem isostática à quente) ou uniaxial (forjamento e prensagem à quente) (GERMAN, 1996).

Como a sinterização com pressão é um híbrido de tudo que ocorre no tratamento sem pressão; mas com o objetivo de se alcançar um baixo nível residual de porosidade, torna-se importante estudar as características do processo no estado sólido e com fase-líquida.

A abordagem da sinterização no estado sólido baseia-se na caracterização dos seus mecanismos de transporte de massa em resposta à força motora gerada pela operação. Dessa forma, se teoriza duas classes de transporte: na superfície e no volume (ibid.).

Os mecanismos de transporte na superfície produzem crescimento de pescoço sem mudança no espaçamento entre as partículas (sem contração ou densificação), devido ao fluxo mássico originar e terminar na superfície da partícula. Difusão superficial e evaporação-condensação são os dois colaboradores mais relevantes. O transporte de massa no volume também promove o crescimento de pescoço, no entanto, com a principal

diferença de haver contração durante a sinterização. Para a densificação ocorrer, a massa deve originar do interior da partícula com deposição no pescoço. Os mecanismos de transporte no volume incluem difusão no volume, no contorno de grão, deformação plástica, escoamento viscoso e fluência. A seguir os mecanismos serão caracterizados sucintamente (GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2003):

- Difusão superficial: as superfícies de sólidos cristalinos comumente possuem defeitos de degrau, empilhamento, lacunas e de átomos intersticiais ou substitucionais. Neste tipo de mecanismo a existência dos defeitos e a movimentação atômica através destes caracteriza um fenômeno termicamente ativado, que precisa de uma energia de ativação para acontecer, em geral, menor do que em outros processos de transporte de massa (baixa temperatura);
- Evaporação-condensação: o transporte de vapor durante a sinterização conduz à reposição dos átomos localizados na superfície da partícula, sem causar densificação. A evaporação ocorre a partir desta e o transporte através dos espaços com porosidade conduzindo a condensação na superfície. O resultado em função do tempo é a redução na área de superfície total, conforme as ligações se intensificam no contato entre as partículas, mas sem mudança na distância entre centros;
- Difusão no volume: envolve a movimentação de lacunas através da estrutura cristalina, e três fatores são dominantes para esta taxa de difusão: temperatura, composição e curvatura (ou tensão). Além disso, se pode citar também três principais caminhos para a difusão que contribui para a sinterização. O primeiro caminho é a deposição de massa na superfície do pescoço, a partir de uma superfície fonte para uma receptora, sendo que átomo passa pelo interior do volume. O resultado é uma adesão por difusão no volume sem haver contração ou densificação. O segundo caminho é chamado de densificação por difusão no volume e envolve fluxo de lacunas entre os contornos de grão das partículas a partir da superfície do pescoço. Este caminho produz contração e densificação, uma vez que o fluxo de átomos move em direção oposta ao fluxo de lacunas, ou seja, para o contato entre as partículas. No terceiro caminho as lacunas podem ser criadas ou eliminadas via processos de escalagem de discordâncias, que envolve ação cooperativa entre ambos, sendo que a temperatura e o efeito de curvatura (tensão) determinam o equilíbrio de concentração de vacâncias.
- Difusão no contorno de grão: é importante na sinterização de muitos metais, cerâmicos e compósitos. O contorno de grão se forma nas ligações de sinterização entre partículas individuais, devido ao desalinhamento do retículo cristalino. Este caráter defeituoso no contorno permite o fluxo de massa a partir de uma energia de ativação intermediária a difusão superficial e no volume. Então, massa é removida ao

longo do contorno de grão e redepositada na ligação de sinterização. No entanto, este mecanismo depende do tamanho de grão ou do número de contornos de grão por volume. Dessa forma, conforme a área superficial é consumida e a energia de difusão superficial diminui, surgindo um novo contorno de grão que faz com que o papel deste tipo de difusão aumente;

- Deformação plástica: importante no período de aquecimento especialmente para pós que sofreram deformação plástica durante a compactação, na qual a densidade de discordâncias seria alta. Assim, elas interagem com as lacunas durante o tratamento, por exemplo, através de escalagem de discordâncias, beneficiando o transporte de massa até que o material seja recozido. Esse mecanismo também se torna relevante para processos de sinterização assistida por pressão, na qual a tensão aplicada pode exceder a tensão de escoamento e gerar movimentação de discordâncias;
- Escoamento viscoso: comum em materiais amorfos (vidros e polímeros) que exibem uma diminuição da viscosidade conforme a temperatura aumenta, de modo que sob a ação de uma tensão aplicada o material flui. Em metais, o escoamento viscoso torna-se possível, quando existir fase líquida nos contornos de grão;
- Fluência: a sinterização assistida por pressão em materiais cristalinos envolve movimentação combinada de defeitos de ponto e discordâncias. Conforme a temperatura aumenta, tem-se uma maior movimentação atômica, paralelamente a viscosidade diminui e a difusividade aumenta, portanto, sob tensão ocorre a fluência difusional como mecanismo de transporte de massa no retículo cristalino para a eliminação de poros.

Quanto à sinterização com fase líquida (*Liquid-phase sintering – LPS*), sabe-se que em geral a quantidade formada é pequena, e o seu propósito é aumentar a taxa de sinterização, a partir de aditivos que formam esta fase, desde que não prejudiquem as propriedades do material. Essa forma de sinterização é amplamente utilizada no processamento de aços, metais duros, nitreto de silício, aluminas, etc. (UPADHYAYA, 2002; RAHAMAN, 2008).

German (1996) cita que na sinterização com fase líquida a tensão de superfície é um fator significativo na determinação da taxa de sinterização, dessa forma, três considerações podem ser feitas para extensiva densificação: solubilidade do sólido no líquido, molhamento do líquido nos grãos sólidos (atuação das forças de capilaridade) e difusão da fase sólida no líquido (estabelecimento de rápida ligação).

Quanto à solubilidade, quatro possíveis combinações podem ocorrer, ver Fig. 7. A densificação está associada com a baixa solubilidade líquida no sólido combinada com uma alta solubilidade do sólido no líquido; este modo de sinterização com presença de fase

líquida é aplicado em vários sistemas (WC-Co, W-Ni-Fe, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$, TiC-Ni, Fe-Cu). Em contraste, para uma situação de solubilidade oposta, em que o líquido se dissolve no sólido, tem-se a expansão (*swelling*) e um transiente líquido. A combinação de baixa solubilidade de sólido e de líquido corresponde a um sistema que requer altíssimas temperaturas para induzir fase líquida, em tais sistemas a sinterização estado sólido pode ser melhor. Finalmente, uma situação de alta intersolubilidade provém ser a menos previsível, nela existe a combinação de expansão e densificação, sendo sensível a muitos parâmetros de processo, por exemplo, Cu-Sn, (GERMAN, 1996).

		Solubilidade do sólido no líquido	
		Baixa	Alta
Solubilidade do líquido no sólido	Baixa	Densificação limitada, rearranjo	Densificação extensiva
	Alta	Expansão ("swelling"), transiente líquido	Expansão e densificação

Figura 7 – Interações de solubilidade durante a sinterização com fase líquida (adaptado de GERMAN, 1996).

Segundo, Kang (2005), na LPS o fluxo líquido preenche os canais capilares e os poros, conduzindo a um fluxo de material, de modo que, conforme a sinterização acontece, a eliminação de poros e o crescimento de grão ocorrem de maneira simultânea. Este crescimento é predito pelo modelo Lifshitz-Slyozov-Wagner (LSW), que sucintamente descreve que os átomos dissolvidos na matriz a partir de partículas pequenas são transportados para partículas maiores, resultando em crescimento de grão.

Detalhando mais o assunto, quando as energias de superfície são dominantes, a densificação na LPS ocorre em estágios. Inicialmente, a mistura de pós é aquecida até uma temperatura onde forma líquido. Durante o aquecimento ocorre sinterização no estado sólido, em parte dirigido pelo gradiente de concentração química na microestrutura (difusão). Dessa forma, a densificação subsequente dependerá da quantidade de fase líquida. A partir desse ponto, três estágios podem ser encontrados: rearranjo, solução-reprecipitação e estágio final da sinterização (densificação estado-sólido), ver Fig. 8 (GERMAN, 1996; UPADHYAYA, 2002; KANG, 2005).

Figura 8 – Esquema ilustrativo das fases de densificação durante a sinterização em fase-líquida (adaptado de UPADHYAYA, 2002).

No primeiro estágio, com a formação da fase líquida tem-se o molhamento das partículas sólidas, como a energia de superfície sólido-líquido é menor do que a sólido-vapor, existe uma redução da energia do sistema facilitando a densificação, devido à força de capilaridade entre o líquido e as partículas sólidas. Durante o rearranjo, os compactos exibem viscosidade em função da ação capilar, de modo que a eliminação da porosidade aumenta a viscosidade, como consequência a taxa de densificação diminui continuamente (GERMAN, 1996).

Conforme a densificação por rearranjo diminui, os efeitos de solubilidade e difusividade aumentam, caracterizando o segundo estágio, solução-reprecipitação. A solubilidade do grão no meio líquido varia inversamente com o seu tamanho, de modo que os pequenos têm maior energia de superfície e solubilidade do que os grandes. Assim, o material é transportado dos pequenos para os grãos maiores por difusão através do líquido, como resultado se tem menos grãos, porém com tamanho médio maior; este processo é denominado “*Ostwald ripening*”. O estágio de solução-reprecipitação não somente contribui para o crescimento de grão, mas também para densificação via acomodação por permitir ajuste do mesmo para o melhor preenchimento dos espaços (ibid.).

O estágio final da sinterização fase líquida é controlado pela densificação da estrutura sólida (estado-sólido), no entanto, devido à formação de um rígido esqueleto nos contatos dos grãos, esta etapa de eliminação de porosidade pode ser lenta. Em geral, as propriedades dos materiais podem se degradar, quando este estágio é muito prolongado.

2.1.4 Sinterização de WC-Co, Al_2O_3 e compósitos

O metal duro é constituído de finas partículas de WC, que são duras e frágeis, e em menor quantidade do ligante metálico, Co, que é macio e dúctil. A estrutura intersticial desse material possui uma combinação de ligações metálicas, covalentes e iônicas. Nele estão

combinadas as propriedades físicas das cerâmicas e as propriedades eletrônicas dos metais (elevada dureza e resistência com alta condutividade térmica e elétrica). O controle do teor de carbono é fundamental para se obter as propriedades desejadas (dureza, resistência ao desgaste e resistência à fratura). Se o teor não for mantido, a formação de uma fase frágil ou de crescimento exagerado de grão pode ocorrer. Sua sinterização ocorre com fase-líquida persistente, envolvendo solubilidade sólida no líquido e excelente molhamento dos grãos sólidos. Devido às forças de capilaridade exercidas nas partículas sólidas pela formação de fase líquida, a densificação é rápida com os poros sendo preenchidos e eliminados, enquanto a energia de superfície do sistema diminui (UPADHYAYA, 2001).

German (1996) apresenta um ciclo de sinterização por HIP para a densificação do WC-Co, ver Fig. 9. Observa-se que o ciclo é longo, aproximadamente 6 horas, e os níveis de pressão e temperatura são elevados.

Figura 9 – Ciclo de sinterização por HIP para WC-Co (adaptado de GERMAN, 1996).

Cha e outros (2003) sinterizaram WC-10Co por SPS a temperaturas menores do que se consegue na sinterização convencional. Obtiveram completa densificação com tempo de patamar térmico de 10 min com pós nanométricos (100 nm) a partir de 1050°C com pressão uniaxial de 50 MPa, a 1000°C e a 100 MPa. E com pós micrométricos (1,3 μm) a 1100°C com 50 MPa.

Shi e outros (2005) sinterizaram pós nanocristalinos de WC-6,29Co por SPS a 1100°C, 50 MPa e por 10 min de patamar térmico, também executaram por HIP a 1320°C, em atmosfera de Ar com 120 MPa e por 60 min. Os principais resultados de densidade, tamanho de grão, limite de resistência à fratura e dureza mostraram valores para SPS de 99,1%, 350 nm, 1220 MPa e 94 HRA, enquanto que para HIP 98,8%, 800 nm, 2260 MPa e 93,1 HRA.

Zhao e outros (2008) estudaram o efeito de escala em pós de partida ($\mu\text{mWC/nmCo}$ e $\mu\text{mWC}/\mu\text{mCo}$) na sinterização de WC-10Co por SPS com 60 MPa de pressão uniaxial. Os

tamanhos de partícula dos pós foram 0,2 μm para WC, 28 nm e 45 μm para Co. Obtiveram densidade relativa de 99% a 1100°C, com tempo de patamar térmico de 10 min para pós $\mu\text{WC/nmCo}$. E para pós micrométricos com tempo de patamar 5 e 10 min alcançaram densidade de 97 e 98%, respectivamente, a 1150°C.

A alumina é um composto iônico sensível à mobilidade do íon de oxigênio durante a sinterização. Geralmente, é sinterizada a partir de pós submicrométricos, em ar ou com atmosfera protetiva de H_2 , alcançando completa densificação. O mecanismo de densificação ocorre por difusão no contorno de grão controlado por movimentação de lacunas. A Figura 10 ilustra o efeito do tamanho de partícula na sinterização da Al_2O_3 por HIP a 1200°C, 50 MPa e com tempo de patamar térmico de 1 h. Observa-se que partículas menores proporcionam melhor densificação por contribuírem com mais contornos de grão para a difusão controlada por fluência/movimentação de lacunas, segundo German (1996).

Figura 10 – Efeito do tamanho de partícula na sinterização Al_2O_3 por HIP (adaptado de GERMAN, 1996).

Zhang e outros (2006) sinterizaram $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-40TiC}$ com tamanho de partícula de 300 nm por SPS nas condições de 1480°C, 50 MPa e 4 min de patamar térmico. Compararam seus resultados de SPS com HP e apresentaram valores de densidade relativa de 99,2 e 98,4%, respectivamente; também observaram maior resistência à flexão e dureza para os sinterizados por SPS.

Santanach e outros (2011) sinterizaram por SPS $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ de tamanho de partícula de 140 nm, formando aglomerados de 5 μm . Variaram temperatura de sinterização, pressão aplicada, tempo de patamar e modelo de pulso elétrico. Os resultados principais mostraram que a 100 MPa, com tempo de patamar de 5 min, nas temperaturas de 1200, 1300 e 1500°C, as densidades obtidas foram 98,5 e 99,2% para as duas últimas, com tamanho de grão crescente de 0,5, 2,4 e 7,6 μm .

Meng e outros (2012) sinterizaram por SPS $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com o teor ZrO_2 em 5 e 10%, tamanho de partícula de 600 nm, a 100 MPa e por 2 min. Variando a temperatura de tratamento de 1250 a 1400°C, observaram aumento constante de densidade relativa de 88 a 99%, sendo que estes valores foram maiores para amostras com maior teor de ZrO_2 .

De maneira geral, o que se pôde apreender do estudo desse item foi que todas as referências citaram em seus textos introdutórios a importância destes materiais para a fabricação de ferramentas de corte para usinagem, além disso, ficou evidente que sinterizar por SPS demanda muito menos tempo para se alcançar as propriedades desejadas do que outras técnicas tradicionais.

2.1.5 Técnica de sinterização por SPS

O SPS é uma técnica de sinterização que ocorre com aplicação simultânea de corrente elétrica e pressão mecânica sobre os pós soltos ou pré-compactados dentro de um molde. Ambas podem ser constantes ou variar durante o ciclo de sinterização, dessa forma, se tem o controle da temperatura e da pressão aplicada. Essa técnica também é denominada de sinterização assistida por corrente elétrica ou por plasma (RAHAMAN, 2003; ORRÙ et al., 2009).

O SPS se caracteriza pela sua alta eficiência térmica, porque a fonte de calor está aplicada diretamente no molde e no pó, sob pressão uniaxial. O aquecimento ocorre a partir de pulsos de corrente elétrica contínua e de tensão, que permitem o efeito Joule, difusão devido ao campo elétrico e a possibilidade de geração de plasma, aquecimento localizado, no contato entre as partículas (TOKITA, 2000).

Os pós utilizados podem ser condutores ou dielétricos. No caso de pós condutores os moldes podem ser isolantes ou não, caso contrário a matriz deve ser condutora para garantir o circuito elétrico. Para os pós condutores, o aquecimento ocorre por efeito Joule e por transferência de calor do molde, enquanto que para os pós dielétricos o aquecimento se faz somente por transferência de calor. Por sua vez, os moldes podem ser de grafite, cerâmica ou aço. Em geral, é comum a utilização de matrizes de grafite que suportam pressões de até 100 MPa, dependendo da qualidade do mesmo, e provê um meio de redução para a sinterização para alguns materiais (ORRÙ et al., 2009).

A taxa de aquecimento nesse método depende da geometria da matriz, do tipo de pó, de suas propriedades térmicas e elétricas, além da potência da máquina, podendo ser facilmente alcançada taxas de até 1000°C/min. Finalmente, a operação também permite a possibilidade de controle da atmosfera da câmara de sinterização, sendo, em geral, utilizada em vácuo, por causa do curto ciclo de sinterização, mas também se pode fazer uso de atmosfera inerte (ibid.).

Este método tem sido caracterizado por trazer vantagens econômicas sobre os métodos tradicionais, devido a altas taxas de aquecimento, baixa temperatura de sinterização, tempo de patamar térmico mais curto, bons resultados de densificação de pós de difícil sinterização, a compactação prévia dos pós é desnecessária, além de uma grande melhoria nas propriedades dos materiais sinterizados, quando comparado com as outras técnicas (GROZA; ZAVALANGOS, 2000; TOKITA, 2000; ZHAO et al., 2008). Devido a essas características, consegue-se obter peças com densidade uniforme, seja completamente densa ou com controle de porosidade. A técnica pode possibilitar baixa taxa de refugo de materiais (reprodutibilidade), economia nos custos relativo a etapas adicionais como usinagem, além de maior produtividade, porque o tempo de processamento é menor. Quanto a sinterização de pós nanométricos ou metaestáveis, a menor temperatura e tempo de operação implica na possibilidade de obtenção de sinterizados muito próximo da densidade teórica com pouco crescimento de grão e retenção de metaestabilidade (RAHAMAN, 2003; ORRÙ et al., 2009; WANG et al., 2013).

O problema da sinterização assistida por corrente elétrica é estabelecer a homogeneidade na distribuição de temperatura dentro da amostra, principalmente, em ciclos de tratamento muito curto ou com geometrias complexas e grandes, de modo a evitar sobreaquecimento localizado e variações nas propriedades (ORRÙ et al., 2009).

2.2 EFEITO DOS PRINCIPAIS PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO NA DENSIFICAÇÃO

Segundo Kang (2005), os principais parâmetros que determinam a sinterabilidade e a microestrutura do sinterizado podem ser divididos em duas categorias: aquelas relacionadas às variáveis do material e com as variáveis de operação. A Tabela 1 mostra algumas destas variáveis.

Tabela 1 – Variáveis que afetam a sinterabilidade e a microestrutura.	
Variáveis relacionadas ao material	Pó: forma, tamanho, distribuição, aglomeração. Química: composição, impureza, estequiometria, homogeneidade.
Variáveis relacionadas às condições de operação de sinterização	Temperatura, tempo, pressão, atmosfera, taxa de aquecimento e resfriamento.
(KANG, 2005)	

Neste item serão abordados os principais parâmetros que serão controlados neste trabalho. Resumidamente, a taxa de densificação (ou taxa de sinterização) diminui com o

aumento do tamanho da partícula do pó (D), todavia, aumenta com o aumento da temperatura (T) e com o aumento do tempo de sinterização (t), ver Fig. 11. Essas variáveis afetam a cinética da sinterização.

Figura 11 – Efeito dos principais parâmetros de densificação sobre a taxa de densificação (adaptado de KANG, 2005).

2.2.1 Tamanho de partícula

Conhecer o tamanho da partícula é essencial para qualquer trabalho ou tratamento com pós. A redução do tamanho de partícula em pós policristalinos pode aumentar a taxa de sinterização, e consequentemente, reduzir a temperatura e o tempo de tratamento. Pós nanométricos são exemplos deste efeito. Além disso, a microestrutura e, por conseguinte, as propriedades do sinterizado são fortemente dependentes do tamanho de partícula. Todavia, partículas muito finas podem trazer alguns inconvenientes como grande contração e contaminação, devido a maior área de superfície, durante o tratamento térmico (RAHAMAN, 2008; WANG et al., 2013). O tamanho de partícula pode ser expresso pelos diâmetros Feret e Martin que são estatísticos, mas são afetados pela orientação ou direção de medição. Os valores médios deles são frequentemente definidos como diâmetros característicos, ver Fig. 12.

Figura 12 – Representação dos diâmetros Feret e Martin (MASUDA; HIGASHITANI; YOSHIDA, 2006).

A medição do tamanho exato de uma partícula irregular é uma tarefa difícil de ser executada, neste caso, o tamanho será função da direção linear de medição, do princípio

físico pelo qual foi detectado e do instrumento pelo qual foi medido. Dessa forma, se podem citar os seguintes métodos de medição: peneiração, permeabilidade, absorção de gás, sedimentação (Stokes), detecção de elétrons e detectores ópticos, microscopia e análise de imagem (MASUDA; HIGASHITANI; YOSHIDA, 2006).

As diferenças nos resultados medidos não são uma desvantagem se as razões da diferença forem conhecidas. De forma que, a escolha do método mais adequado pode inclusive aumentar a sensibilidade do objeto de medição (MASUDA; HIGASHITANI; YOSHIDA, 2006).

Kang (2005) explica o efeito do tamanho de partícula na sinterização através da lei de escala de Herring, na qual prediz o período de tempo relativo necessário para o mesmo grau de sinterização, a partir de pós que possuem forma similar, mas com diferentes tamanhos, sob as mesmas condições experimentais e pelo mesmo mecanismo de sinterização. Assim, para sinterizar dois tipos de pós com raios a_1 e a_2 , onde $a_2 = \lambda a_1$, o tempo necessário para a sinterização está relacionado conforme a eq.(2.9),

$$t_2 = (\lambda)^\alpha t_1 \quad (2.9).$$

onde α é um expoente de escala relacionado com o mecanismo de transporte de massa na sinterização, ver Tab. 2.

Tabela 2 – Relação dos mecanismos de sinterização com o expoente de escala.

Mecanismos de Sinterização	Expoente de escala (α)
Difusão superficial	4
Evaporação-condensação	2
Difusão no volume	3
Difusão no contorno de grão	4
Escoamento viscoso	1

(KANG, 2005)

Na prática, a hipótese de evolução da microestrutura de forma semelhante não é satisfatória, porque o mecanismo de crescimento de grão é em geral diferente do mecanismo de densificação. No entanto, a lei de escala de Herring consegue demonstrar o efeito do tamanho de partícula na mudança microestrutural para um mesmo mecanismo de sinterização.

2.2.2 Composição química

O efeito da composição química torna-se mais evidente quando o mecanismo de sinterização é por difusão. Com o aumento da concentração de lacunas, tem-se um aumento da difusividade atômica (mobilidade), principalmente, nas regiões abertas do contorno de

grão, com isso a cinética da sinterização pode ser melhorada. Em compostos iônicos, a adição de dopante também tem o mesmo efeito de alterar consideravelmente a concentração de lacunas. A adição de elementos secundários ao pó pode ainda melhorar a sinterabilidade, permitindo a formação de fase líquida ou inibindo o crescimento de grão e, dessa forma, beneficiando as propriedades do material; como exemplo, pode se citar: Ni ou Co no WC, MgO no Al_2O_3 e TiC ou ZrO_2 no Al_2O_3 . (FRYKHOLM; ANDRÉN, 2001; ALLIBERT, 2001; KANG, 2005; ZHAO; YUAN; ZHOU, 2010).

2.2.3 Temperatura

Aumentando a temperatura de sinterização tem-se um grande aumento na taxa de sinterização e na magnitude de qualquer mudança que ocorra durante a operação (UPADHYAYA, 2002). Uma vez que, a sinterização é um processo termicamente ativado, as principais variáveis sensíveis à temperatura são difusividade e viscosidade. No entanto, a exata relação entre temperatura e tempo é diferente para os diferentes mecanismos de sinterização (KANG, 2005).

O efeito da temperatura é promover a mobilidade atômica através das lacunas e a competição entre densificação e crescimento de grão, sendo desejável que a taxa de densificação seja maior do que a de crescimento de grão, para o benefício das propriedades mecânicas do sinterizado. Assim, isto se torna mais evidente fazendo uso de elevadas taxas de aquecimento e temperatura (GERMAN, 1996; ZHOU et al., 2004; KANG, 2005).

2.2.4 Pressão

De maneira geral, a compactação do pó ocorre antes do tratamento térmico na sinterização convencional e envolve rearranjo de partículas conforme a pressão aumenta, deformação nos pontos de contato para os materiais dúcteis e, possivelmente, fratura para os materiais frágeis. Pós altamente comprimidos podem resultar em um pacote de partículas mais bem coordenado; o aumento da densidade é resultado, exclusivamente, do aumento de contato e das tensões ali desenvolvidas que podem auxiliar na direção do fluxo mássico. Durante a sinterização os poros menores são eliminados primeiro, dessa forma materiais que tiveram suas partículas bem compactadas exibem, geralmente, sinterização mais rápida e maior densidade do que aqueles obtidos em ausência de pressão (GERMAN, 1996).

Kang (2005) cita que a taxa de densificação sempre aumenta com o aumento da pressão de sinterização (P_t), de modo que, esta pode ser escrita como o somatório da tensão superficial (γ_s) – capilaridade e pressão externa aplicada (P_{apl}) em função da densidade relativa e geometria da partícula, eq.(2.10).

$$P_t = \frac{\gamma_s}{r} + P_{apl} \cdot f(\rho, geom) \quad (2.10)$$

Muitas técnicas de sinterização assistidas por pressão tornam-se disponíveis atualmente, dentre elas pode se citar: sinterização com pressão a gás (GPS), prensagem a quente (HP), prensagem isostática a quente (HIP) e por corrente pulsada (SPS). A aplicação de uma pressão externa no pó resulta em um aumento direto na força que dirige a densificação e, por conseguinte, a cinética do processo.

2.2.5 Tempo de sinterização

Embora a densificação aumente com o aumento do tempo, o efeito é pequeno em comparação com a temperatura. A perda da força motora com o aumento do tempo em qualquer temperatura é uma das razões pela qual é tão difícil remover toda a porosidade do sinterizado. O ideal é alcançar as propriedades desejadas no menor tempo e na maior temperatura possível (UPADHYAYA, 2002).

2.2.6 Atmosfera

O controle da atmosfera é essencial para a otimização dos resultados na metalurgia do pó (UPADHYAYA, 2002). Neste trabalho as sinterizações serão executadas em vácuo, que provê uma atmosfera mais limpa, menos reativa e com maior reprodutibilidade. Embora a atmosfera em vácuo seja chamada de neutra, reações químicas frequentemente são observadas na atmosfera residual (GERMAN, 1996). Chinelatto e Tomasi (2009) evidenciaram o efeito positivo do vácuo no aumento da densidade relativa da alumina.

2.3 CARACTERIZAÇÃO DE SINTERIZADOS

A caracterização dos materiais sinterizados se faz por metalografia qualitativa, que revela os diferentes constituintes da microestrutura, por metalografia quantitativa, que quantifica através de parâmetros a estrutura do material em estudo, para em seguida correlacioná-la com as propriedades dos materiais obtidas por ensaios físicos ou mecânicos. Os subitens que se seguem apresentam algumas formas mais relevantes de se caracterizar sinterizados.

2.3.1 Tamanho de grão

Dentre os vários métodos de medição de tamanho de grão (metalografia quantitativa), o do intercepto e o da intersecção são os mais rápidos e comumente utilizados. Podem ser executados a partir de linhas de teste retas ou circulares, a vantagem do segundo é por minimizar o efeito da orientação do grão. Dessa forma, para a determinação do diâmetro médio do grão, d , se recomenda a seleção de uma reta ou círculo de comprimento conhecido aplicado à amostra e de um aumento que resulte em pelo menos 40 medições. A contagem no método de intercepto deve ser feita considerando como 1 cada grão completamente interceptado e $\frac{1}{2}$ para o final da linha que penetrar no grão (no caso de linha de teste reta) ou tangenciá-lo (no caso de circunferência como linha teste), eq.(2.11). No método da intersecção deve-se considerar como 1 (uma intersecção) quando a linha de teste tangenciar o contorno de grão, $1 \frac{1}{2}$ em pontos triplos e $\frac{1}{2}$ quando o final da linha de teste tocar exatamente no contorno de grão (retas), eq.(2.11):

$$d = \frac{L}{N_i M} = \frac{L}{P_i M} \quad (2.11)$$

onde L é o comprimento total da linha de teste, M é o aumento e N_i e P_i são o número de interceptos e de intersecções com contornos de grão, respectivamente, (ASTM E112:2010; PADILHA; AMBROZIO, 1985).

2.3.2 Densidade

A densidade é uma propriedade física, que é amplamente reportada nos textos científicos de sinterização. A densidade fracionária, percentual ou relativa é definida como a razão entre a densidade medida (experimental) e a teórica. Ela evidencia eventos fundamentais que ocorrem durante a sinterização, independentemente do material (GERMAN, 1996).

Se a forma do material é irregular ou complexa, a densidade medida por imersão é apropriada. Para tanto, se pode utilizar o princípio de Arquimedes, na qual uma série de medições de massa torna-se necessária. Primeiro se faz a medição da amostra a seco (m_1), em seguida úmida (m_2), finalmente, a massa suspensa imersa em água destilada (m_3), conforme ISO 10545-3:1995, eq.(2.12).

$$\rho_{exp} = \frac{m_1 \rho_{H_2O}}{m_2 - m_3} \quad (2.12)$$

A densidade da água, ρ_{H_2O} , em g/cm^3 , também deve ser considerada levemente dependente da temperatura, T , em $^{\circ}\text{C}$; então, $\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002135T$.

O percentual de densidade da fase sólida ou densidade relativa será $V_s = \rho_{exp}/\rho_{teór}$, sendo $\rho_{teór}$ a densidade teórica, livre de poros, determinada a partir da célula unitária da rede cristalina do material do pó, no entanto esta pode ser obtida de maneira prática através de ficha técnica do produto e/ou fazendo uso da regra das misturas (GERMAN; PARK, 2008).

2.3.3 Dureza

Dureza pode ser definida como a capacidade do material resistir à penetração ou à deformação, quando em contato com um material mais duro, além disso, é categorizada como uma propriedade mecânica. O ensaio consiste de um endentador que é forçado sobre a superfície da amostra sob condições controladas de carga e taxa de aplicação. Dessa forma, a partir da medição do tamanho da impressão de endentação no material, determina-se o valor de dureza (DIETER, 1988; ASM, 2000; CALLISTER, 2001).

De maneira geral, são ensaios muito executados por serem simples, de baixo custo, não-destrutivos e outras propriedades mecânicas podem ser estimadas a partir dos seus dados. No entanto, a dureza não deve ser considerada como uma propriedade fundamental do material, ao contrário, ela representa uma medida quantitativa e comparativa em uma escala arbitrária (MEYERS; CHAWLA, 2009).

2.3.3.1 Macroendentação (Vickers)

A dureza é umas das muitas propriedades para caracterizar cerâmicas avançadas, dentre os diversos ensaios, descreve-se o Vickers, que é menos influenciado por desvios de planicidade, paralelismo e acabamento superficial do que o Knoop. Neste teste usa-se um endentador piramidal de diamante com base quadrada e ângulo entre as faces de 136° . Uma das vantagens é que o penetrador cobre desde materiais macios até duros. O valor da dureza é calculado como a carga aplicada pela área da impressão, eq.(2.13.).

$$HV = \frac{2P \sin(\alpha/2)}{d^2} = \frac{1,8544P}{d^2} \quad (2.13)$$

Onde P é a carga em kgf, d é o comprimento médio em mm das diagonais projetadas resultantes da impressão após a remoção da carga e α é o ângulo entre as faces opostas do endentador (136°). A descrição do valor de dureza deve ser feita pelo número Vickers e pela carga aplicada, por exemplo, 440HV30. A conversão em MPa é feita multiplicando o valor da dureza por 9,81 (MEYERS; CHAWLA, 2009; ASTM C1327-8:2008).

2.3.4 Tenacidade à fratura

Durante uma endentação, tensões de tração geradas pelas quinas do penetrador podem causar trincas em materiais frágeis, e o comprimento dessas trincas pode ser usado para calcular a tenacidade à fratura (MEYERS; CHAWLA, 2009). Sendo assim, a tenacidade à fratura é definida como uma medida de resistência do material a propagação da trinca, sendo que o método de impressão se caracteriza pela sua simplicidade e pela sua adequação como técnica comparativa (OLIVEIRA et al., 2008; TONELLO, 2013).

As trincas se formam a partir de uma relação de equilíbrio do contato elástico-plástico do endentador Vickers com o material de estudo. Elas nem sempre são geradas durante a penetração, as trincas podem surgir durante o descarregamento, porque as tensões elásticas causam tensões compressivas durante a penetração, todavia também existem deformações plásticas criando tensões residuais no descarregamento. Se a tensão residual for uma componente de tração, ela dirigirá a trinca. Sabe-se que o tamanho da endentação depende da dureza do material, do módulo de Young e de um fator geométrico, f_g , que depende do tipo de endentador (MEYERS; CHAWLA, 2009). Segundo Anstis e outros (1981), esse fator é 0,016 para endentação Vickers, então a equação para tenacidade à fratura em deformação plana (modo de carregamento I) pode ser escrita conforme a eq.(2.14).

$$K_{IC} = f_g \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (2.14)$$

Onde E é o módulo de elasticidade [GPa]; H é a dureza [GPa]; P é a carga aplicada [N]; c é o comprimento médio da trinca medido a partir do centro da endentação [m] e K_{IC} em geral é dado em [MPa.m^{1/2}]. Todavia, essa equação condiz a um perfil de trinca radial-mediana, cuja relação $c > 2a$ deve ser satisfeita, onde $2a$ é o valor médio da diagonal.

2.3.5 Ensaio de flexão

De maneira geral, o comportamento tensão-deformação para materiais cerâmicos frágeis não é representado pelo ensaio de tração, devido às dificuldades no preparo das amostras, na geometria requerida (Callister, 2001). Desse modo, o ensaio de flexão transversal torna-se o mais adequado e amplamente empregado, na qual uma barra (corpo de prova) de secção circular ou retangular é flexionada até a fratura estando apoiada em três ou quatro pontos, assim a superfície inferior da amostra é tracionada, enquanto a superior comprimida (ASTM C1161:2008). A Figura 13 mostra como o ensaio em três pontos é executado; F representa a carga aplicada, L é vão entre os apoios, b e d são a

largura e a espessura do corpo de prova retangular, respectivamente, e R é o raio se a amostra for circular.

Figura 13 – Esquema de carregamento do ensaio de flexão em três pontos (adaptado de CALLISTER, 2001).

A máxima tensão de tração ocorre na face inferior da amostra, abaixo do ponto de aplicação da carga. A tensão de ruptura usada no ensaio é chamada de resistência à flexão, módulo de ruptura ou resistência à fratura, sendo uma importante propriedade mecânica para cerâmicas frágeis. Para uma seção retangular ensaiada em três pontos a resistência à flexão, S , é dada pela eq.(2.15) (ASTM C1161:2008; CALLISTER, 2001).

$$S = \frac{3FL}{2bd^2} \quad (2.15)$$

2.4 MATERIAL COM GRADAÇÃO FUNCIONAL (FGM)

FGM pode ser entendido como uma nova classe de material e o seu conceito é aplicado para a obtenção de propriedades ou funções inovadoras, que não podem ser alcançadas com materiais homogêneos. Na sua forma mais simples, ele consiste de dois materiais com uma camada intermediária, cuja estrutura, composição e morfologia varia suavemente de um material para o outro (KAWASAKI; WATANABE, 1997). Mott e Evans (1999) expandem esse conceito descrevendo que o gradiente entre os materiais pode ser contínuo ou na forma de camadas, sendo que no segundo a transição é menos suave do que no primeiro, principalmente, devido a dificuldades na rotina de fabricação.

O desenvolvimento deste princípio provê a solução para muitas aplicações avançadas de engenharia, na qual dois ou mais materiais com propriedades distintas são desejados unidos, como exemplo, pode se citar materiais estruturais capazes de suportar altas temperaturas com resistência ao desgaste (KAWASAKI; WATANABE, 1997; MA; TAN, 2001). Nesse ínterim, os materiais de ferramentas de corte podem ser enormemente beneficiados, pois em serviço, além de resistir a essas condições, devem suportar aos esforços de corte (TRENT; WRIGHT, 2000; SHAW, 2005). Zhao, Ai e Huang (2002) citam

que a introdução deste conceito na fabricação de pastilhas cerâmicas de usinagem pode melhorar suas propriedades térmicas e mecânicas, principalmente, no que diz respeito à resistência ao choque térmico. Fan, Ai e Zhao (2001) dizem que o comportamento de ferramentas cerâmicas em FGM pode ser melhorado marcadamente se o gradiente for projetado corretamente. Jaworska e outros (2006) afirmam que alta dureza e tensões compressivas na superfície e alta tenacidade no interior de insertos de cermet feitos em gradação melhoraram a resistência ao desgaste, quando comparadas com ferramentas convencionais.

Assim, os processos de fabricação para se obter um FGM torna-se uma das mais importantes áreas neste tema de pesquisa, dos quais a metalurgia do pó (P/M) se destaca pela capacidade de controlar a composição, a microestrutura e a forma da peça (MA; TAN, 2001; GILLIA; CAILLEMS, 2010). Watanabe e Sato (2011) citam a sinterização por SPS como uma das mais avançadas técnicas e adequada para este tipo de desenvolvimento. No entanto, algumas dificuldades envolvem a fabricação e aplicação dos FGMs, a escolha da temperatura de sinterização não é trivial para gradações entre cerâmica e metal, pois esta é menor para os metais (GILLIA; CAILLEMS, 2010). Além disso, tensões residuais térmicas surgem depois do tratamento, devido a diferenças de coeficiente de expansão e de compatibilidade entre os materiais (RAVICHANDRAN, 1995).

Portanto, este trabalho se desenvolve em meio às dificuldades do processamento, ao mesmo tempo aspirando a resultados que indiquem a viabilidade de se aplicar estruturas em FGM em ferramentas de corte para a usinagem.

2.4.1 Pesquisas relacionadas com FGM

FGM tem chamado a atenção de pesquisadores ao redor do mundo e uma grande quantidade de aplicações têm sido vislumbradas, no entanto poucos exemplos comerciais têm sido reportados. A seguir serão apresentados alguns trabalhos científicos que abordam o assunto.

Fukui, Yamanaka e Enokida (1997) citam que apesar das propriedades térmicas superiores dos intermetálicos, como o Al_3Ni , eles são frágeis e isso limita a sua aplicação. Dessa forma, um FGM metal-intermetálico pode proporcionar uma solução potencial para esta limitação, além de serem indicados para aplicações estruturais e componentes. Em seus experimentos, FGMs $\text{Al-Al}_3\text{Ni}$ foram feitos através de um método centrífugo de lingotamento de uma liga Al-20Ni , em uma atmosfera de argônio à 890°C , na forma de tubo de 90 mm de diâmetro externo, 90 mm de comprimento e espessura de parede de 10 mm, em gradiente. A partir deste, barras quadradas de 6 mm de largura por 6 mm de espessura foram extraídas para a realização de ensaios de flexão à três pontos. Quatro tipos de

espécimes foram testados com fração de volume (V_f) de 0, 24, 49 e 53vol% Al_3Ni . Os resultados mostraram que o maior e o menor valor de resistência à flexão foram obtidos para $V_f = 24vol\%Al_3Ni$ (156,4 MPa) e $V_f = 0vol\%Al_3Ni$ (93,3 MPa), respectivamente.

Watari e outros (1997) fabricaram implantes dentais com gradação funcional de titânio (Ti) e hidroxiapatita (HPA) com a função de satisfazer respectivos requisitos mecânicos e de biocompatibilidade em um intervalo de tempo de osseointegração mais curto. O Ti foi usado na parte superior do implante sujeito às forças mastigatórias e a HPA, que é um constituinte natural do tecido ósseo e que apresenta excelente biocompatibilidade, porém mecanicamente frágil, na porção inferior do implante, região alojada dentro do alvéolo ósseo, ver Fig. 14. As amostras foram compactadas a 400 MPa, através de prensagem isostática a frio (CIP), e sinterizadas em atmosfera de argônio por aquecimento indutivo de alta frequência a 1300°C. Os resultados mostraram melhor osseointegração para o FGM Ti/HPA do que para o Ti, material de referência.

Figura 14 – Esquema ilustrativo da estrutura do implante, as partes em preto e branco são, respectivamente, Ti e HPA (WATARI et al., 1997).

Nomura e outros (1999) aplicaram o conceito de FGM com o objetivo de desenvolver ferramentas de corte com alto desempenho. Para tanto, eles fizeram uso de cermet na superfície do inserto, por causa da sua alta resistência ao desgaste, e metal duro no interior do mesmo, devido a sua propriedade superior de tenacidade, ver Fig. 15. As amostras foram prensadas a 95 MPa e sinterizadas à vácuo a 1400°C, patamar de 1 hora sob atmosfera de nitrogênio. Como resultados, obtiveram superior resistência ao desgaste e a fratura por fadiga térmica do que nos cermets convencionais testados, além de desempenho superior de corte quando comparadas com ferramentas de metal duro revestidas (P10 e P20).

Figura 15 – Esquema ilustrativo da gradação funcional (NOMURA et al, 1999).

Frykholm e Andrén (2001) produziram um gradiente no WC-Ti(C,N)-Co, resultado de uma difusão externa de nitrogênio, e devido a uma relação termodinâmica entre nitrogênio e titânio, uma difusão interna de titânio é criada, por causa da instabilidade das partículas de Ti(C,N), consequência da baixa atividade do nitrogênio. Como resultado do processo de difusão, desenvolveu-se um material de ferramenta de corte com a superfície ausente de carbonitreto de titânio, no entanto, mais tenaz, servindo como uma barreira para a propagação de trincas, Fig. 16.

Figura 16 – Micrografia do gradiente obtido, a esquerda está a superfície (FRYKHOLM; ANDRÉN, 2001).

Jain e outros (2001), estudando materiais para ferramentas de corte, conseguiram produzir um compósito em gradação funcional de WC-Co/Diamante. O método de processamento utilizado foi ataque eletroquímico para remover cobalto de amostras de WC-Co parcialmente sinterizadas (1100°C por 30 min), de modo a gerar um gradiente de tamanho de poro maior na superfície da peça, para em seguida preenchê-los com carbono usando infiltração química à vapor (CVI). A distribuição de tamanhos de poros conduz a um gradiente na concentração de carbono depositado, com maiores quantidades próximo à superfície. Após a CVI, as amostras foram sujeitadas a uma consolidação a alta pressão e temperatura (HPHT) para transformar o grafite em diamante (8 GPa e 1500°C). O resultado é um material com gradação funcional com a superfície rica em diamante, por sua vez

resistente ao desgaste, e um núcleo rico em WC-Co, consequentemente, com alta tenacidade à fratura.

Ichinose, Miyamoto e Takahashi (2004) citam que transdutores ultrassônicos compostos de cerâmica piezoelétrica têm sido amplamente usados em sistemas de medição não destrutivos e de diagnose médica. No entanto, eles devem ser capazes de gerar um pulso ultrassônico na forma de onda em um período de tempo muito curto (espectro de banda de alta frequência) para se alcançar uma alta resolução de imagem. Em suas análises, observaram que os transdutores constituídos de cerâmicas piezoelétricas em FGM produzem um espectro de maior banda de alta frequência do que aqueles com cerâmicas convencionais.

Eso, Fang e Griffo (2005), sabendo das vantagens de tenacidade e resistência ao desgaste que podem ser obtidas com a fabricação de metal duro com FGM, estudaram a influência dos fatores de tamanho de partícula de WC-10Co, teor de C e Co e tempo de sinterização com fase líquida (LPS). As amostras foram sinterizadas a 1400°C por 60 minutos. Os resultados mostraram que a diferença de tamanho de partícula (1 e 5 µm de WC-10Co) pode induzir ao gradiente, com teor de Co migrando para a camada de menor tamanho de partícula, devido à força de capilaridade, ver Fig. 17. No que se refere ao teor de carbono, observaram migração de Co da camada com excesso de C para aquela com deficiência, além disso, verificaram diferença na microestrutura devido à presença de fase η , aonde o teor de C era baixo. A diferença no teor de Co homogeneizou-se completamente através das duas camadas sem caracterizar gradiente, após a sinterização em fase líquida. Finalmente, o aumento no tempo de tratamento atua na homogeneização das fases do sistema.

Figura 17 – Micrografia da bicamada de WC-10%Co com diferente tamanho de partícula e distribuição do Co a partir de EDS (ESO, FANG; GRIFFO, 2005).

Machado e outros (2009a, 2009b) avaliaram o processo de sinterização de um material com gradação funcional feito de WC-Co e aço H13 por SPS, com o objetivo de reduzir custos de fabricação de ferramentas. As amostras foram sinterizadas a 60 MPa,

1100°C e 5 minutos de patamar térmico. Seus resultados mostraram que a produção de tais materiais em FGM é possível, no entanto ainda existem dificuldades a serem superadas como as baixas temperaturas de sinterização, devido à presença de um eutético no sistema Fe-C em torno de 1150°C e a diferença de coeficiente de expansão térmica entre os materiais que levaram a trincas. A Figura 18 apresenta imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura de uma amostra em FGM, composta de WC-Co + WC-Co-H13 + aço H13, produzida por SPS, na qual as interfaces estão evidenciadas.

Figura 18 – (a) Esquema FGM, (b) Interface WCCo-WCCoH13, (c) Interface WCCoH13-H13 e (d) Interfaces WCCo-WCCoH13-H13 (MACHADO et al., 2009a).

Gillia e Caillens (2010) descrevem uma técnica de fabricação de peças de ZrO_2 -PSZ/inco600, usadas em componentes de células de combustível de óxidos sólidos, com gradiente contínuo de materiais por processo de deposição por gravidade. Nesta operação, um bocal é montado em um robô com três eixos de translação, que deposita numerosas camadas finas de material (pós), de modo a tornar possível a construção de uma forma com gradiente tridimensional complexo. O método de sinterização utilizado foi prensagem isostática a quente (HIP) com tempo de patamar, temperatura e pressão de 2 horas, 1325°C e 140 MPa, respectivamente. O gradiente de composição desejado para a peça foi uma variação contínua de 100% inco600 para 100% ZrO_2 -PSZ, retornando para o teor original da liga de níquel. Os resultados evidenciaram a gradação contínua dos materiais, inclusive com resposta na dureza, no entanto trincas foram observadas na camada com maior percentual cerâmico. As causas citadas pelos autores podem ser devido à qualidade do pó de zircônia, no que se refere à sua sinterabilidade e tamanho de partícula, ou segregações.

2.5 USINAGEM

Definir precisamente usinagem é difícil, segundo, Trent e Wright (2000), ela pode ser compreendida como operações, na qual uma fina camada de material é removida pela cunha da ferramenta. Dessa forma, operações de corte em chapas e barras também poderiam ser incluídas nesta definição, no entanto, a ação das ferramentas e o processo de separação entre as partes são bastante diferentes. Assim, diversas literaturas, ASM (1989); Trent e Wright (2000); Shaw (2005); Ferraresi (2011), a define como um conjunto de operações que dá forma à peça usando ferramentas de corte para a remoção do excesso de material na forma de cavaco, sabendo que a formação do cavaco é alvo de uma conceituação teórica multidisciplinar e complexa. A Figura 19 mostra a formação do cavaco destacando as zonas de cisalhamento primária e secundária, os ângulos de cisalhamento e de saída da ferramenta, além da deformação do cavaco dada pela relação h' (deformado) e h (não deformado).

Figura 19 – Formação do cavaco e localização dos planos de cisalhamento primário e secundário (MACHADO et al., 2011).

Amplamente empregada como processo de fabricação, devido à precisão, versatilidade e produtividade (ASM, 1989); a importância da usinagem pode também ser considerada pelo volume de dinheiro que envolve esta atividade. Nos Estados Unidos, o custo anual associado à remoção de material tem sido estimado em 10% do PIB (SHAW, 2005). Childs e outros (2000) relacionam a prosperidade de uma nação com o investimento em máquinas de usinagem e cita que em 1995 a Alemanha e o Japão, investiram mais de 2 e 4 bilhões de dólares, respectivamente. Finalmente, Trent e Wright (2000) e Astakov (2006), citam que o custo da usinagem em países industrializados chega a 15% do valor dos produtos fabricados.

Apesar da popularidade e de fatores econômicos, o processo de usinagem é complexo, devido ao grande número de variáveis envolvidas. Mas cada ponto fundamental detalhadamente estudado e interpretado contribui para o entendimento do processo e a sua previsibilidade (MACHADO et al., 2011).

2.5.1 Materiais para ferramentas de corte

As principais propriedades que um material de ferramenta de corte deve apresentar são (SHAW, 2005; TRENT; WRIGHT, 2000):

- Capacidade de resistir fisicamente e quimicamente ao calor;
- Dureza para resistir ao desgaste abrasivo;
- Tenacidade suficiente para resistir aos esforços de corte sem se fraturar.

A Figura 20 apresenta uma lista dos materiais para ferramentas de corte existentes no mercado mundial. A medida que se desce na lista tem-se um aumento na dureza (ou resistência ao desgaste), todavia se perde em tenacidade. A ordem da lista também obedece ao surgimento cronológico comercial das ferramentas (MACHADO et al., 2011).

De maneira geral, com o aumento da temperatura de serviço os materiais de ferramenta apresentam uma queda na resistência (CHILDS et al., 2000). A Figura 21 mostra o comportamento da dureza para alguns grupos de ferramentas de corte em função da temperatura (SHAW, 2005). Da figura pode-se apreender que as ferramentas de metal duro e as cerâmicas podem ser utilizadas em condições de corte mais severas, nas quais existem maior geração de calor, do que as dos outros materiais observados.

1. Aço Carbono	Aumento de dureza e resistência ao desgaste	Aumento de tenacidade
• Comum		
• Com elementos de liga (V, Cr)		
2. Aço Semi-Rápido (baixo W)		
3. Aço Rápido		
• Sem revestimento		
• Com revestimento		
4. Aço Super-Rápido (elevado teor de V)		
5. Ligas Fundidas		
6. Metal Duro (com e sem revestimento)		
Classes:		
• P		
• M		
• K		
• N		
• S		
• H		
7. Cermets (com e sem revestimento)		
8. Cerâmicas		
• Com e sem revestimento		
• A base de Si_3N_4 - SIALON		
• A base de Al_2O_3		
• Pura		
• Com adições		
• ZrO_2 (branca)		
• TiC (mista)		
• SiC (whiskers)		
9. Ultraduros		
• CBN - PCBN		
• PCD		
10. Diamante Natural		

Figura 20 – Materiais para ferramentas de corte (MACHADO et al., 2011).

Figura 21 – Variação da dureza de alguns materiais de ferramentas de corte em função da temperatura (adaptado de SHAW, 2005).

A seguir serão apresentadas, sucintamente, as características dos grupos de ferramentas que estão relacionadas com o desenvolvimento do trabalho:

- **Metal duro**

O metal duro foi o segundo grande impulso na área dos materiais de ferramentas de corte (MACHADO et al., 2011; TRENT; WRIGHT, 2000). O primeiro grande impulso aconteceu na virada do século XIX, quando Taylor e White, em 1901, produziram as primeiras ferramentas de aço rápido chegando a um teor ótimo, em 1906, de 0,67% C, 18,91% W, 5,47% Cr, 0,11% Mn, 0,29% V, seguido de adequado tratamento térmico (TRENT; WRIGHT, 2000; SHAW, 2005). Com as ferramentas de metal duro, as velocidades de corte foram aumentadas em praticamente uma ordem de grandeza, de 35 m/min nos aços rápidos para 250 a 300 m/min (MACHADO et al., 2011).

O surgimento do metal duro se alinha com o desenvolvimento da sinterização aplicada à usinagem, na era moderna. Primeiramente, William Coolidge desenvolveu um filamento durável para a lâmpada de Thomas Edison, em 1910, a partir de pó de tungstênio com tamanho de partícula de poucos micrometros. Em seguida, o alemão Schröter, em 1923, obtém em laboratório WC em pó e o mistura com Co, encontrando o metal duro (TRENT; WRIGHT, 2000). Logo que foram verificadas as excelentes propriedades de dureza e resistência ao desgaste foram batizadas como “*widia*” (“*wie diamond*”, como diamante) e produzidas pela Companhia Widia (SHAW, 2005).

A grande popularidade das ferramentas de metal duro, que são fabricadas pela metalurgia do pó (P/M), se deve ao fato delas possuírem a combinação de resistência ao desgaste, mecânica e tenacidade em altos níveis (MACHADO et al., 2011).

O carboneto de tungstênio é um de um grupo de compostos incluindo carbonetos, nitretos, boretos e silicatos ligados a elementos de transição da tabela periódica dos grupos IV ao VI. Destes, os carbonetos, em especial o WC, são os mais importantes como materiais de ferramenta (TRENT; WRIGHT, 2000; ASM, 2004).

Os carbonetos de W e Mo tem estrutura hexagonal, enquanto os outros de maior importância são cúbicos. Estes compostos rígidos e fortemente ligados não sofrem grandes mudanças estruturais acima do ponto de fusão e suas propriedades são, portanto, mais estáveis em relação ao tratamento térmico do que os aços ferramenta. Estes carbonetos, de maneira geral, possuem caráter fortemente metálico, tendo boa condutividade elétrica e térmica, mas com leve capacidade de se deformar plasticamente (TRENT; WRIGHT, 2000).

Eles são algumas vezes incluídos na categoria de cerâmicas e têm sido referenciados como “*cermets*”, implicando uma combinação de cerâmica e metal, no entanto este termo é inapropriado, uma vez que, os carbonetos estão muito mais próximos do caráter metálico do que do cerâmico (ibid.).

A ferramenta desenvolvida na Alemanha, contendo apenas WC-Co, se mostrou prodigiosa na usinagem de ferros fundidos cinzentos, mas com baixa resistência a craterização, quando usinando aços. Para superar esta séria deficiência, pesquisas logo se iniciaram, pois os aços, que são os mais importantes materiais de uso geral em engenharia, não poderiam deixar de se beneficiar desta revolução. Assim, se adicionou TiC, TaC e/ou NbC aos WC-Co e verificou-se que este produto reduziu muito o problema de craterização na usinagem dos aços, pelas seguintes razões (MACHADO et al., 2011):

- A solubilidade dos carbonetos adicionados no ferro é muito menor do que o WC, isto inibe a difusão (mecanismo de desgaste);
- A estabilidade dos carbonetos adicionados é maior do que a do WC, por isso maior a dificuldade de dissolução desses elementos;
- Os carbonetos adicionados têm maiores durezas do que a do WC, portanto apresentam maior resistência ao desgaste.

A norma ISO 513 (2004) padronizou a classificação e a aplicação dos metais duros conforme a Tabela 3.

A letra de designação dos metais duros é sempre acompanhada de um número que representa a resistência ao desgaste da ferramenta e a tenacidade, de modo que, quanto maior o número, maior a tenacidade e menor a resistência ao desgaste. A sub-classificação dos metais duros dentro de cada classe depende, principalmente, da composição química da ferramenta (qualidade e quantidade de carbonetos) e do tamanho de partícula e grãos formados de carbonetos (quanto mais finos os carbonetos, maior a tenacidade, aliada a uma maior dureza média da ferramenta) (TRENT; WRIGHT, 2000; ISO 513:2004; MACHADO et al., 2011).

Tabela 3 – Aplicação e classificação de Metal Duro.

Identificação (Classe)	Identificação (Cor)	Aplicação	Designação ISO		Dureza e Res. Desgaste	Tenacidade
P	Azul	Aço: Todos os tipos de aço e aço fundido, exceto aços inoxidáveis com estrutura austenítica	P01 P10 P20 P30 P40 P50	P05 P15 P25 P35 P45	↑	↓
M	Amarelo	Aço Inoxidável: Aço inoxidável austenítico e austenítico/ferrítico e aço fundido	M01 M10 M20 M30 M40	M05 M15 M25 M35	↑	↓
K	Vermelho	Ferro Fundido: Ferro fundido cinzento, ferro fundido nodular, ferro fundido maleável	K01 K10 K20 K30 K40	K05 K15 K25 K35	↑	↓
N	Verde	Metais Não Ferrosos: Alumínio e outros metais não ferrosos, materiais não metálicos	N01 N10 N20 N30	N05 N15 N25	↑	↓
S	Marrom	Superligas e Titânio: Ligas especiais resistente ao calor baseadas em ferro, níquel e cobalto, titânio e ligas de titânio	S01 S10 S20 S30	S05 S15 S25	↑	↓
H	Cinza	Materiais Endurecidos: Aço endurecido, materiais de ferro fundido endurecido, ferro fundido branco	H01 H10 H20 H30	H05 H15 H25	↑	↓

(ISO 513:2004)

As ferramentas de metal duro podem ser revestidas através do processo de PVD ou CVD, com garantia de desempenho superior, além disso, o último método não implica em

alterações metalúrgicas no material da ferramenta (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 2000; MACHADO et al., 2011).

- **Cermet**

Embora este grupo de material de ferramenta de corte não esteja relacionado diretamente com o trabalho, a literatura faz referência a ele no desenvolvimento de FGMs, por isso será citado, além disso, se encontra numa posição intermediária entre as cerâmicas e o metal duro como ferramenta de corte. Os cermets são um grupo de ferramentas também fabricadas pela metalurgia do pó consistindo de partículas de cerâmica ligadas com um metal (SHAW, 2005). Neste grupo a cerâmica provém alta dureza a quente e resistência à oxidação, enquanto o componente metálico realça a ductilidade e a resistência ao choque térmico. A ligação da cerâmica com o metal é um processo complexo que depende da solubilidade, propriedades de molhamento e relações de fase dos materiais selecionados (ASM, 1989).

Dois fatores contribuíram para o aparecimento deste tipo de ferramenta. O primeiro foi a constatação de que a adição de TiC aumenta a resistência ao desgaste e a craterização dos metais duros na usinagem de aços. O segundo foi a escassez de tungstênio durante a segunda guerra mundial (MACHADO et al., 2011).

Os fabricantes de ferramentas consideram que este grupo é constituído somente por carboneto de titânio (TiC) e carbonitreto de titânio (TiCN), materiais de base para o cermet (ASM, 1989). Geralmente, se usa como elementos de ligação o Ni, todavia pode ocorrer também na presença de outros elementos, tais como, Al, Co, Mo ou compostos de Mo₂C, TaC, NbC, WC, AlN, TaN e outros. Trata-se de um grupo intermediário entre os metais duros e as cerâmicas, sendo aplicadas, principalmente, no acabamento dos aços com altas velocidades de corte e baixos avanços, embora também possam ser usadas nas operações de desbaste. Suas principais características são a alta dureza a elevadas temperaturas e a grande estabilidade química. E as suas desvantagens são baixa condutividade térmica e alto coeficiente de dilatação, o que implica em um baixo coeficiente de resistência ao choque térmico, por isso, que ele é mais eficiente com baixos avanços, pequenas profundidades de corte e altas velocidades de corte (acabamento) em ferrosos (MACHADO et al., 2011).

- **Cerâmicas**

Segundo ASM (1989), os materiais cerâmicos são compostos inorgânicos e não-metálicos. Callister (2001) define as cerâmicas como compostos de elementos metálicos e não-metálicos, frequentemente, encontrados na forma de óxidos, nitretos e carbonetos, com ligações atômicas podendo ser desde puramente iônica até covalente, geralmente, elas

exibem uma combinação desses dois tipos de ligação, sendo que o grau do caráter iônico depende da eletronegatividade dos átomos.

As ferramentas cerâmicas, também fabricadas pela metalurgia do pó (P/M), são utilizadas para uma ampla faixa de velocidades de corte em operações de acabamento e para o desbaste com altas taxas de remoção em materiais de difícil usinagem (ASM, 1989).

Ezugwu e Wallbank (1987); Machado e outros (2011) citam que as cerâmicas possuem as seguintes propriedades que as caracterizam:

- Alta resistência à compressão;
- Alta resistência à deformação plástica;
- Capacidade de suportar altas temperaturas (refratários);
- Alta resistência ao desgaste;
- Alta dureza;
- Frágeis;
- Boa estabilidade química e térmica;
- Boa resistência à fluência;
- Baixa condutividade térmica;
- Baixa resistência à tração.

Entretanto, por não apresentarem tenacidade suficiente, sua aplicação fica prejudicada nos aços comum ao carbono e baixa liga, devido à ausência de quebra-cavacos, e no corte interrompido; porém devem ser consideradas no corte contínuo de aços de elevada dureza (MACHADO et al., 2011).

As cerâmicas, geralmente, usadas em usinagem são aquelas a base de alumina (Al_2O_3) ou nitreto de silício (Si_3N_4), podendo ainda ser usado como aditivos para auxiliar a sinterização ou para beneficiar as propriedades termomecânicas, o óxido de magnésio, a ítria, a zircônia, o óxido de cromo e o carboneto de titânio (ASM, 1989).

As cerâmicas a base de alumina podem ser puras ou com adições. As puras estão praticamente eliminadas como ferramenta de corte, devido à baixa tenacidade. Aquelas com adições podem chegar a ter um percentual de até 30% de ZrO_2 e/ou TiC , denominadas de cerâmica branca e preta (ou mista), respectivamente. Podem ainda receber adições de TiN , TiO_2 e WC . Dessa forma, se tem um compósito com maior grau de tenacidade para suportar maiores impactos e choques térmicos. A alumina pura tem tenacidade à fratura K_{IC} de $136 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($4,3 \text{ MPa.m}^{1/2}$), a adição de zircônia (ZrO_2) pode elevar este valor a $190 \text{ N/mm}^{3/2}$ ($6,0 \text{ MPa.m}^{1/2}$) (MACHADO et al., 2011).

O mecanismo de tenacificação que ocorre na $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ é o de transformação de fase, em que a trinca transforma a zircônia metaestável tetragonal em monoclinica estável

com grande mudança de volume causando tensões compressivas na ponta da trinca, dificultando a sua propagação (EZUGWU; WALLBANK, 1987; HUTCHINGS, 1992; MEYERS; CHAWLA, 2009).

A adição de TiC dispersa na matriz de alumina além de melhorar a tenacidade e a condutividade térmica, aumenta consideravelmente a dureza e a resistência ao desgaste (EZUGWU; WALLBANK, 1987; MOMPER, 1987; ASM, 1989).

Trent e Wright (2000) citam que essas ferramentas são sempre usadas com ângulo de inclinação (λ_s) e de saída negativos (γ_0); para as cerâmicas brancas velocidades de corte de 600 a 700 m/min, com avanço de 0,25 mm/volta podem ser mantidas por um longo período sem desgaste excessivo na usinagem de ferro fundido cinzento. Para as mistas *high speed machining* pode ser alcançado no corte desses materiais, além do seu uso também ser pertinente no acabamento de aços endurecidos.

Outra ferramenta a base de alumina, são aquelas reforçadas com SiC (Whiskers). Estes carbonetos são adicionados em até 20% na alumina, na forma de fibras curtas, de 0,5 a 6 μm de diâmetro e 10 a 80 μm de comprimento, garantindo propriedades excepcionais como tenacidade. O mecanismo de tenacificação ocorre, pois durante a propagação de uma trinca, estas não conseguem atravessar as partículas de SiC tendo que se desviar, podendo haver separação delas com a matriz de Al_2O_3 . Este processo absorve grande quantidade de energia de fratura inibindo, consequentemente, a propagação das trincas. Estas ferramentas possuem maior resistência ao choque térmico, devido a maior condutividade térmica do SiC em relação à alumina (KOMANDURI, 1989; MEYERS; CHAWLA, 2009). As propriedades desse grupo de material são consideradas excepcionais, com aplicação na usinagem de aços duros, aços inoxidáveis e principalmente nas superligas de níquel (MACHADO et al., 2011).

As cerâmicas a base de nitreto de silício apareceram no mercado nos anos 80, tratam-se de cristais de Si_3N_4 com uma fase intergranular de SiO_2 que são sinterizados na presença de Al_2O_3 , Y_2O_3 , MgO , ZrO_2 e outros (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 2000). É um material atrativo para ferramenta de corte porque combina excelentes propriedades mecânicas à alta temperatura (alta tenacidade e dureza a quente), além de resistência a oxidação e ao choque térmico (ASM, 1989; BITTERLICH; BITSCH; FRIEDERICH, 2008).

No entanto, a sua sinterização é difícil devido à baixa difusividade, causada provavelmente, por fortes ligações covalentes, dessa forma, aditivos devem ser utilizados para auxiliar no tratamento térmico. Vários óxidos e nitretos têm sido utilizados para essa finalidade e podem ser divididos em três classes. A primeira inclui aditivos que formam uma solução sólida (uma única fase solúvel), como por exemplo, Al_2O_3 , AlN e SiO_2 . O produto deste grupo é conhecido como SiAlON (originado dos elementos Si, Al, O e N). Na segunda classe os aditivos são insolúveis, não formam solução sólida, exemplo, SiYON , SiMgON ou

SiZrON. E a terceira é uma combinação dos aditivos das duas primeiras implicando em um comportamento misto. Por último, a densificação de cerâmicas a base de Si_3N_4 ocorre com presença de fase líquida (ASM, 1989).

Enfim, cerâmicas a base de Si_3N_4 , especificamente o SiAlON, têm mostrado bons resultados na usinagem de aços e excelentes aplicações nas superligas de níquel; devido às suas boas propriedades mecânicas, especialmente, tenacidade; o corte interrompido (fresamento) também se torna possível com este tipo de cerâmica (MACHADO et al., 2011).

A Figura 22 apresenta um diagrama que resume o campo de aplicação das cerâmicas e de um CBN (nitreto cúbico de boro), outro grupo de ferramenta de corte denominado ultraduro. Nota-se que para o ferro fundido cinzento existe aplicação de cerâmicas no fresamento e no torneamento; cerâmicas mistas e SIALON podem ser usadas com fluido de corte. Na usinagem de aços, a grande parte das aplicações fica por conta das cerâmicas mista e branca (com adição de ZrO_2). Finalmente, a usinagem de superligas e de aços endurecidos é dividida entre as cerâmicas mistas, o SIALON e o CBN, com ocorrência apenas no torneamento.

Com o surgimento dos materiais cerâmicos e dos ultraduros as velocidades de corte aumentaram de três a quatro vezes em relação às utilizadas com metal duro, o que representa aumento na taxa de remoção de material tão grande quanto às alcançadas pelo aço-rápido e pelo metal duro (TRENT; WRIGHT, 2000). Dessa forma, a década de 1980 torna-se a época do terceiro grande impulso em materiais de ferramentas de corte (MACHADO et al., 2011).

Finalmente, segundo Ezugwu e Wallbank (1987) e Shaw (2005) uma ferramenta para um corte preciso e eficiente deve ser resistente ao desgaste e aos esforços de usinagem, e que o melhor material de ferramenta pode não ser, necessariamente, aquele que dá maior vida ou o mais barato, mas que execute determinada tarefa requerida com precisão e eficiência a um custo mínimo.

Figura 22 – Campo de aplicação das Cerâmicas e CBN (PASTOR, 1987 apud MACHADO et al., 2011).

2.5.2 Tipos de destruição de ferramentas de corte

Por maior que seja a dureza e a resistência ao desgaste das ferramentas de corte, e por menor que seja a resistência mecânica da peça, a ferramenta sempre sofrerá algum processo de destruição que mais cedo ou mais tarde levará a sua substituição (MACHADO et al., 2011).

Pode se distinguir três tipos de destruição de ferramenta de corte que leva a mudança na geometria da mesma: avaria, desgaste e deformação plástica. A distinção entre eles é que os dois primeiros promovem a perda de massa, enquanto o último o deslocamento de material (ibid.).

2.5.2.1 Avaria

É um processo de destruição da ferramenta que ocorre de maneira repentina e inesperada, causado pela quebra, lasca ou trinca da mesma. A quebra e a lasca levam à

perda de uma quantidade considerável de material e de maneira abrupta, enquanto a trinca promove a abertura de uma fenda que pode se propagar ou não, devido aos mecanismos de tenacificação, levando a falha (trincas profundas) ou a lasca da ferramenta (trincas superficiais) (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 2000; MACHADO et al., 2011).

Se as condições de corte, ferramenta, material da peça e máquina-ferramenta forem escolhidas adequadamente é incomum ocorrer avaria no torneamento. Todavia, no corte interrompido (fresamento) este tipo de desgaste se faz presente, devido aos choques mecânicos e térmicos (TRENT; WRIGHT, 2000).

2.5.2.2 Desgaste

Hutchings (1992) define desgaste como a destruição de uma ou de ambas as superfícies que compõe um sistema tribológico, geralmente, envolvendo perda progressiva de material. Em usinagem, a norma ISO 3685:1993 define desgaste em ferramentas de corte como sendo a mudança de sua forma original durante o corte, resultado da perda gradual de material.

A Figura 23 indica as três principais formas de desgaste que podem ser encontradas em uma ferramenta de corte:

- I. Desgaste de cratera (área A);
- II. Desgaste de flanco (área B);
- III. Desgaste de entalhe (*notch wear*, áreas C e D).

Figura 23 – Localização das três principais formas de desgaste em uma ferramenta de corte (adaptado de DEARNLEY; TRENT, 1982).

Os parâmetros utilizados para medir estas formas de desgaste e os critérios de fim de vida comumente usados e sugeridos pela norma ISO 3685:1993 são apresentados a seguir e a representação dos mesmos pode ser vista na Fig. 24:

- VB_{Bmax} : Desgaste de flanco máximo de 0,6 mm medido na zona B;
- VB_B : Desgaste de flanco médio de 0,3 mm medido na zona B;

- VB_N e VC_N : Desgaste de entalhe medido na zona N e C, respectivamente. Deve ser avaliado quando se sobrepõe as demais formas de desgaste, no entanto, a norma não define valor de critério;
- KT : Profundidade da cratera, em mm. Definida por $KT = 0,06 + 0,3f$, onde f é o avanço [mm/volta]. A Tabela 4 define valores de KT para avanços padronizados;

Tabela 4 – Definição de Valores de KT .

f [mm/volta]	0,25	0,4	0,63
KT [mm]	0,14	0,18	0,25

(ISO 3685:1993)

- KB : Largura da cratera a partir da aresta de corte, seção A-A. Segundo a norma não deve ser usado como critério de fim de vida;
- KM : Distância do centro da cratera à aresta de corte, seção A-A. Segundo a norma também não deve ser usado como critério de fim de vida.

Figura 24 – Parâmetros utilizados para medir desgaste de ferramentas de corte (adaptado da ISO 3685:1993).

2.5.2.3 Deformação plástica

É a mudança da geometria da ferramenta de corte pelo deslocamento de massa. Ela ocorre por cisalhamento devido às altas tensões atuantes nas superfícies das ferramentas de corte. Em casos extremos pode levar à total destruição da cunha cortante, podendo ocorrer inclusive perda de massa. Este tipo de desgaste é mais comum ocorrer em ferramentas com resistência ao cisalhamento relativamente baixa e com maior tenacidade, como o aço-rápido, as ligas fundidas e o metal duro (DINIZ, MARCONDES, COPPINI, 2000; MACHADO et al., 2011).

É importante citar que alguns autores como, Trent e Wright (2000), tratam a deformação plástica como mecanismo de desgaste, e não como um tipo de destruição, pois levam a mudança da geometria da ferramenta de corte.

2.5.3 Mecanismos de desgaste

A Figura 25 mostra um diagrama de distribuição dos mecanismos de desgaste das ferramentas de corte em função da temperatura de corte ou de fatores que a influencia, como a velocidade de corte.

Figura 25 – Mecanismos de desgaste em ferramentas de corte (VIEREGE, 1970, apud KÖNIG; KLOCKE, 1997).

Em baixas temperaturas os mecanismos de adesão e abrasão estão presentes, sendo o primeiro mais intenso. Em temperaturas mais elevadas a adesão perde importância para a difusão e oxidação, observa-se que estes dois mecanismos crescem em participação, sendo que o primeiro numa escala exponencial, enquanto a abrasão tem um efeito intermediário.

Trent e Wright (2000) definem seis mecanismos de desgaste em usinagem, a diferença em relação à Fig. 25 deve-se à inclusão da deformação plástica. Estes serão descritos a seguir em subitens, ver Fig. 26.

Figura 26 – Mecanismos de desgaste em ferramentas de corte (adaptado de TRENT; WRIGHT, 2000).

2.5.3.1 Deformação plástica superficial por cisalhamento a altas temperaturas

Ocorre na usinagem de aços e outros metais com alto ponto de fusão a elevadas velocidades de corte e avanço utilizando ferramentas de aço-rápido ou, eventualmente, em metal duro, como cita Ávila (2003). As tensões cisalhantes na interface cavaco-ferramenta são suficientemente altas para provocar deformação plástica na superfície de saída da ferramenta de corte, devido às altas temperaturas que causam a diminuição da resistência ao escoamento do material da ferramenta. A consequência é que esta é cisalhada junto com o cavaco, formando uma cratera (TRENT; WRIGHT, 2000). De maneira implícita os autores indicam que este tipo de desgaste não ocorre em cermets, cerâmicas e ultraduros, pois possuem elevada resistência ao cisalhamento.

2.5.3.2 Deformação plástica da aresta de corte sob altas tensões de compressão

Ocorre na usinagem de materiais de elevada dureza, geralmente a altas velocidades de corte e avanço, nos quais a combinação de alta tensão de compressão com alta temperatura na superfície de saída pode causar a deformação plástica da aresta de corte nas ferramentas de aço-rápido e metal duro. Geralmente, ocorre em altas velocidades de corte e avanço e leva a falha catastrófica (MACHADO et al. 2011).

Durante o corte as tensões compressivas são máximas na aresta de corte e decrescem exponencialmente até zero, no ponto em que o cavaco perde contato com a superfície da saída da ferramenta (ZOREV, 1963). No entanto, a aresta de corte é a região em que a cunha é menos resistente, e dependendo da tensão promovida pelo material da

peça, a ferramenta pode não oferecer resistência ao cisalhamento, entrando em colapso (TRENT; WRIGHT, 2000).

As ferramentas cerâmicas não sofrem este tipo de falha porque são pouco tenazes com campo plástico muito pequeno (MACHADO et al., 2011).

2.5.3.3 Desgaste difusivo

É um fenômeno microscópico em que ocorre transferência de átomos de um material para o outro, ativado pela temperatura na zona de cisalhamento secundário, mas dependente do tempo de contato e da afinidade físico-química dos materiais envolvidos (DINIZ; MARCONDES; COPPINI, 2000).

Em usinagem, as velocidades relativas entre ferramenta-cavaco são altas e o tempo de contato entre esses materiais é muito curto. Isto praticamente levaria o mecanismo de difusão a ser desprezível, se não fosse a existência de uma zona de aderência (ou zona de fluxo) na interface cavaco-ferramenta (TRENT; WRIGHT, 2000). A zona de fluxo é uma região em que a área do cavaco está intimamente em contato com a área da ferramenta ($A_{real} = A_{aparente}$), dessa forma o movimento do cavaco na interface ocorre por cisalhamento dentro do próprio material do cavaco, provocado pela alta taxa de deformação (TRENT, 1963). Nesta zona existe um gradiente de velocidade, em que uma camada de material em contato com a ferramenta é estacionário, porém a uma distância de 0,01 a 0,1 mm da zona de fluxo a velocidade assume o valor de saída do cavaco. Além disso, nesta região as temperaturas são elevadas o suficiente para promover o processo difusivo e a renovação constante da zona de aderência, promovida pela alta taxa de deformação, garante um fluxo difusivo também constante (TRENT, 1988).

Este mecanismo de desgaste pode atuar tanto na superfície de saída como na superfície de folga, e a taxa de desgaste aumenta com o aumento da velocidade de corte e do avanço, pois o aumento desses parâmetros faz aumentar a temperatura de corte, que é a fonte de energia para o processo difusivo. Como o mecanismo ocorre em nível atômico, no microscópio as áreas desgastadas por difusão têm aparência lisa como pode ser observado nos desgastes de flanco e cratera na Fig. 27.

Figura 27 – Desgaste difusivo ferramenta K20 após usinar Ti6Al4V (MACHADO, 1990 apud MELO et al., 2006).

2.5.3.4 Desgaste por aderência e arrastamento – *Attrition*

Este mecanismo ocorre em baixas velocidades de corte, nas quais o fluxo de material sobre a superfície de saída da ferramenta se torna irregular, neste caso a aresta postiça de corte (APC) pode aparecer (TRENT; WRIGHT, 2000). No entanto, se a altas velocidades o fluxo de material for irregular nas superfícies de saída e de folga pode haver o *attrition* associado a outros mecanismos (MACHADO et al., 2011).

Sob estas condições, fragmentos microscópicos são arrancados da superfície da ferramenta e arrastados de tempos em tempos, junto ao fluxo de material adjacente à interface (TRENT; WRIGHT, 2000).

Em geral, a zona de escorregamento, o corte interrompido, a profundidade de corte variável, entre outros fatores, promovem o fluxo irregular de material, favorecendo o *attrition*. O aspecto das regiões com este mecanismo de desgaste é áspero, uma vez que, o mesmo ocorre em nível de grãos (MACHADO et al., 2011).

2.5.3.5 Desgaste abrasivo

Em um sistema tribológico, em geral, o desgaste abrasivo acontece quando o material é removido ou deslocado da superfície por partículas duras que podem estar soltas entre duas superfícies em movimento relativo ou engastadas em uma delas. No caso das partículas estarem soltas, a abrasão ocorre a três corpos com rolamento e escorregamento dos abrasivos entre as superfícies, por outro lado, se as partículas estiverem engastadas têm-se abrasão a dois corpos com escorregamento (HUTCHINGS, 1992).

Em usinagem este mecanismo de desgaste também está presente, no qual o abrasivo a dois corpos são precipitados duros de óxidos, carbonetos, nitretos ou carbonitretos; e a três corpos os abrasivos são partículas da própria ferramenta, que se desprendem por *attrition*, inseridas no fluxo de material da peça ou da própria ferramenta (TRENT; WRIGHT, 2000; MACHADO et al., 2011).

O desgaste abrasivo pode envolver deformação plástica e fratura frágil, causando perda ou deslocamento de material por microssulcamento, microcorte ou microlascamento. O primeiro acarreta em deslocamento de matéria para baixo e para as laterais do sulco (*ploughing*), enquanto o segundo e o terceiro conduzem em perda de material também com presença de sulcos (*cutting* e *wedge*). Este mecanismo está associado na usinagem com ferramentas de aço-rápido, metal duro, ferramentas revestidas, cerâmicas puras ou mistas (HUTCHINGS, 1992; MACHADO, et al., 2011).

2.5.3.6 Desgaste de entalhe

Não é propriamente um mecanismo, mas uma forma de desgaste, que aparece sempre nas regiões coincidentes com as laterais do cavaco (área C e D, ver Fig. 24). Na literatura não existe um consenso que explique exatamente o mecanismo que provoca esta forma de desgaste, dessa forma, Shaw (2005) enumera 9 (nove) prováveis causas:

1. Presença de uma camada encruada na superfície da peça usinada previamente;
2. Concentração de tensão devido a um gradiente de tensão na superfície livre da ferramenta;
3. Formação de trincas devido a um alto gradiente de temperatura na superfície livre da ferramenta;
4. Presença de rebarba na aresta da superfície previamente usinada;
5. Velocidade maior na altura da profundidade de corte na qual o diâmetro também é maior;
6. Presença de uma camada de óxido abrasiva na superfície previamente usinada;
7. Fluxo de material de aresta postiça de corte paralelo à aresta de corte;
8. Fadiga da ferramenta devido à flutuação de força na superfície livre que acompanha os pequenos movimentos laterais das arestas dos cavacos;
9. Partículas da ferramenta depositadas na superfície da peça previamente usinada, que agem como pequenas ferramentas de corte para induzir o desgaste.

O desgaste de entalhe ocorre, principalmente, na usinagem de materiais resistentes a altas temperaturas e que tenham alto grau de encruamento, como aço inoxidável, ligas de níquel, titânio e cobalto. Geralmente, nas regiões onde ocorre este tipo de entalhe, as condições de escorregamento prevalecem e o mecanismo de desgaste, provavelmente, envolve abrasão e *attrition*, e eles são bastante influenciados pelas interações com a atmosfera. Existem evidências que sugerem que óxidos se formam continuamente e se aderem na ferramenta naquelas regiões, e a quebra de junções de aderência promovidas pelo mecanismo de *attrition*, pode ocasionalmente remover material da superfície da

ferramenta (TRENT; WRIGHT, 2000). Para reduzir ou evitar o desgaste de entalhe, Shaw et al. (1966), sugerem o uso de maiores ângulos de saída negativo.

2.5.4 Forças de corte

Conhecer as forças que atuam na ferramenta de corte é importante para o projeto desde ferramentas e seus acessórios até os elementos que compõe a máquina-ferramenta (TRENT; WRIGHT, 2000). Além disso, o monitoramento das forças de corte auxilia a compreender mecanismos de desgaste e outros eventos que ocorrem durante a usinagem (MACHADO et al., 2011).

No torneamento semi-ortogonal essas forças podem ser medidas em três direções ortogonais, como mostrado na Fig. 28, através de plataformas piezoelétricas, chamadas de dinamômetros.

Figura 28 – Forças atuando na ferramenta de corte (adaptado de TRENT; WRIGHT, 2000).

A componente da força atuando na superfície de saída da ferramenta normal a aresta de corte, na direção OY, é denominada de força de corte (F_c). Esta, geralmente, é a maior das três componentes e atua na direção da velocidade de corte. A componente que age na direção OX, paralela a direção de avanço, é chamada de força de avanço (F_f). E a terceira componente, atuando na direção OZ, tendendo a empurrar a ferramenta para fora da peça, na direção radial, é nomeada como força passiva (F_p), caracterizada, em geral, como a componente de menor intensidade de força (TRENT; WRIGHT, 2000). A resultante destas três forças de corte é conhecida como força de usinagem.

A força de usinagem, e consequentemente suas componentes, pode ser considerada dependente de dois aspectos fundamentais: áreas dos planos de cisalhamento primário e secundário e resistência do material da peça nestes planos. Sendo assim, o modo como algumas variáveis de operação a influencia são descritas a seguir (MACHADO et al., 2011):

- Velocidade de corte (v_c): de maneira geral o aumento de v_c causa uma maior geração de calor com consequente redução da resistência do material nos planos de cisalhamento e ligeira redução na área de contato cavaco-ferramenta, implicando em redução da força de usinagem;
- Avanço (f) e profundidade de corte (a_p): o aumento destas variáveis causam um aumento proporcional na resultante das forças de corte, devido ao aumento direto das áreas dos planos de cisalhamento;
- Material da ferramenta: a afinidade química do material da ferramenta com o material da peça pode aumentar a força de usinagem se esta promover aderência. Se a tendência for diminuir o atrito na interface cavaco-ferramenta a força diminui;
- Geometria da ferramenta: o ângulo de saída é o mais influente, de modo que a redução deste tende a aumentar a área de contato cavaco-ferramenta e aumentar a restrição ao escorregamento do cavaco sobre a superfície de saída da ferramenta;
- Estado de afiação da ferramenta: o desgaste da ferramenta de corte pode alterar a geometria da mesma, porém o efeito será maior com o aumento da área de contato com o cavaco e/ou com a peça;
- Material da peça: quanto maior a resistência do material, maior a resistência ao cisalhamento e, portanto, maior a força de usinagem. No entanto, existe exceção para materiais de elevada ductilidade.

2.5.5 Rugosidade da superfície

Uma superfície usinada é resultado de um processo que envolve deformação plástica, ruptura, recuperação elástica, geração de calor, vibração, tensão residual e às vezes até reação química. Tudo isso afeta a integridade da superfície que, por sua vez, pode ser descrita em termos de acabamento da superfície e alterações sub-superficiais (MACHADO et al., 2011). No que se refere ao primeiro, a avaliação da rugosidade é muito importante, pois ela está relacionada com problemas práticos de tribologia (como atrito, contato, lubrificação), metrologia (série de tolerâncias) e até comportamento mecânico ou hidrodinâmico. Os parâmetros de rugosidade são normalmente categorizados em três grupos (GADELMAWLA et al., 2002):

- Parâmetros de amplitude: usados para o monitoramento das características verticais dos desvios de superfície, determinados apenas pelas alturas dos picos e/ou profundidade dos vales, sem considerar espaçamento ao longo da superfície;
- Parâmetros de espaçamento: tratam das características horizontais da superfície, determinados pelo espaçamento dos desvios do perfil ao longo da peça;
- Parâmetros híbridos: combinam parâmetros de amplitude e espaçamento.

E estes podem ser registrados a partir do deslocamento horizontal de um perfilômetro *stylus*, no qual os erros de forma e onda são removidos do perfil de superfície com ajuda de filtros, como por exemplo, o *cut-off*, comprimento de amostragem, para distinguir rugosidade e erro de forma no comprimento de onda (HUTCHINGS, 1992).

Na sequência alguns parâmetros de amplitude serão definidos, pois estes ajudarão a caracterizar a topografia da superfície usinada (GADELMAWLA et al., 2002; STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005; MACHADO et al., 2011):

- R_a (altura média aritmética): É definido como o desvio médio absoluto dos valores de rugosidade em relação a uma linha média dentro de um comprimento amostral (L), ver Fig. 29. É um parâmetro fácil de definir e medir para descrever variações de altura, eq.(2.16), por isso é amplamente utilizado no controle de processos de fabricação, de forma que, mudanças no seu valor indicam que o mesmo está alterado. Porém, devido ao emprego da média ele pode dar valores idênticos para superfícies com características diferentes.

Figura 29 – R_a altura média aritmética (adaptado de STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).

$$R_a = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |Z_i| \quad (2.16)$$

- R_q (RMS raiz quadrada média): ele representa o desvio padrão da distribuição de alturas da superfície, além disso, ele é mais sensível do que a altura média aritmética (R_a) para desvios a partir da linha média, ver Fig. 30 e eq.(2.17).

Figura 30 – R_q RMS raiz quadrada média (adaptado de STACHOWIAK; BATCHELOR, 2005).

A linha média RMS é uma linha que divide o perfil de modo que o somatório dos quadrados dos desvios da altura do perfil é igual a zero.

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i^2} \quad (2.17)$$

- R_t (altura total do perfil ou altura máxima do perfil): este parâmetro é sensível para altos picos e vales profundos. É definido como a distância vertical máxima entre o pico mais elevado (R_p) e o vale mais profundo (R_v) ao longo do comprimento de avaliação do perfil, ver Fig. 31 e eq.(2.18).

Figura 31 – R_t altura do pico mais alto ao vale mais profundo (adaptado de GADELMAWLA et al., 2002).

$$R_t = R_p + R_v \quad (2.18)$$

2.5.6 Usinagem de ferro fundido

Este item está dividido em duas partes, sendo que a primeira caracteriza o material de trabalho e a segunda apresenta alguns resultados de usinagem.

2.5.6.1 Ferros fundidos

Os ferros fundidos são ligas Fe-C-Si, em geral acima de 2%C, contendo ainda Mn, S e P, além de outros elementos de liga, que se solidificam a partir de um eutético. Nos ferros fundidos com presença de grafita, a sua microestrutura é formada por uma matriz similar a dos aços e por partículas de grafita. Dessa forma, uma matriz ferrítica resulta em baixos valores de resistência mecânica e altos valores de ductilidade e tenacidade. Por sua vez, uma matriz perlítica implica em maiores valores de resistência e baixos valores de ductilidade. Fazendo-se misturas de ferrita e perlita obtêm-se as diferentes classes de ferros fundidos, com diferentes combinações de propriedades, cada uma adequada para uma

aplicação específica. Ainda existem as classes de maior resistência que possuem matriz de martensita revenida ou austenítica. Finalmente, a grafita possui resistência mecânica muito baixa, de modo que, pode ser encarada como uma descontinuidade da matriz, exercendo um efeito de concentrador de tensão. Todavia, a forma da grafita tem profunda influência nas propriedades mecânicas, térmicas e na usinabilidade. Sendo assim, os ferros fundidos são classificados, principalmente, de acordo com a forma da grafita em: ferro fundido cinzento, branco, maleável, nodular e vermicular (ASM, 1993; ASM, 1998; GUESSER, 2009; BERNIS; THEISEN, 2010). A Figura 32 ilustra a microestrutura dos ferros fundidos citados.

Figura 32 – Microestruturas de ferros fundidos. (a) Cinzento; (b) Branco; (c) Maleável; (d) Nodular e (e) Vermicular (BARBOSA, 2009).

O material de trabalho desta tese é o ferro fundido cinzento. Ele apresenta grafita na forma de veios e matriz perlítica, comumente. Cobrem uma faixa de limite de resistência de 150 a 300 MPa. A grafita na forma de veios fornece valores de condutividade térmica, que o torna um material muito empregado em componentes sujeitos a fadiga térmica, como, tambores e discos de freio e cabeçotes de motor, além disso, possuem a capacidade de amortecimento de vibrações, importante para bases de máquinas operatrizes e em aplicações com restrições de ruído, como, bloco de motor e carcaças (GUESSER, 2009).

2.5.6.2 Torneamento de ferro fundido cinzento

D'Errico e Calzavarini (1995) avaliaram ferramentas de corte cerâmicas no torneamento de diversos materiais aplicados nas indústrias automobilísticas, aeroespaciais e de transformação. No que se refere aos resultados com ferro fundido cinzento (190 HB), este foi usinado nas condições de v_c 600 m/min, f 0,3 mm/volta, a_p 1,5 mm, tempo de corte de 20 s, à seco e com fluido de corte. As ferramentas de $Al_2O_3-ZrO_2$ (cerâmica branca) obtiveram desgaste de flanco médio (VB_B) entre 0,05 e 0,10 mm no corte a seco, enquanto que no refrigerado as ferramentas falharam. Para as cerâmicas mistas (Al_2O_3-TiC) elas também tiveram o mesmo nível de desgaste, porém um dos fabricantes testados teve êxito na usinagem com fluido de corte, com VB_B 0,08 mm, aproximadamente.

Ezugwu e Tang (1995) avaliaram desgaste de flanco máximo (VB_{Bmax}) e rugosidade da superfície usinada de uma classe intermediária de ferro fundido cinzento (G-17), amplamente utilizada na indústria automobilística. Os materiais de ferramenta de corte foram cerâmicas branca e mista com geometria rombóide e redonda. As condições de corte foram v_c 300 e 500 m/min para a branca e mista, respectivamente, f 0,25 mm/volta e a_p 2 mm. Os resultados para um tempo de corte de 3 min mostraram para as ferramentas $Al_2O_3-ZrO_2$ nas geometrias rombóide e redonda, respectivamente, VB_{Bmax} 0,060 e 0,062 mm, rugosidades de 4,50 μm , e para as ferramentas de Al_2O_3-TiC na mesma sequência, VB_{Bmax} 0,059 e 0,057 mm e rugosidade de 3,71 e 4,52 μm .

Dobrzański e Mikula (2005a) utilizaram insertos de Al_2O_3-TiC sem e com revestimento para estudar o desempenho de diversos tipos de filmes e técnicas de deposição, CVD e PVD. O material de trabalho foi um ferro fundido cinzento com dureza de 250 HB, torneado nas condições de corte de $f = 0,15$ mm/volta, $a_p = 2$ mm e $v_c = 200$ m/min. Seus resultados mostraram que para um critério de vida arbitrário de 13,5 min, o desgaste de flanco (VB) da ferramenta sem revestimento foi de 0,20 mm, enquanto o menor desgaste (VB = 0,12 mm) foi verificado para a ferramenta revestida com TiN+multiTiAlSiN+TiN (PVD) e o maior (VB = 0,17 mm) para aquela revestida com TiN+TiAlSiN+AlSiTiN (PVD).

Dobrzański e Mikula (2005b) também fizeram uso de insertos de $Al_2O_3-ZrO_2$ sem e com revestimento para estudar o desempenho de filmes e técnicas de deposição, CVD e PVD. Torneando ferro fundido cinzento nas condições de corte de $f = 0,15$ mm/volta, $a_p = 2$ mm e $v_c = 200$ m/min, seus resultados mostraram que para um critério de vida arbitrário de 11 min, o desgaste de flanco (VB) da ferramenta sem revestimento foi de 0,20 mm, enquanto o menor desgaste foi verificado para a ferramenta revestida com TiAlN (PVD), VB = 0,13 mm, e o maior desgaste VB = 0,20 mm para aquela revestida com TiN (PVD).

Sarma e Dixit (2007) compararam o desempenho de cerâmicas mistas (Al_2O_3-TiC) no torneamento de ferro fundido cinzento (143 HB) à seco e resfriadas com ar. Eles avaliaram força de corte, rugosidade e desgaste de flanco. A refrigeração foi feita a partir de um compressor e o fluxo de ar seco foi de 150 m/s a 1,5 bar. Seus resultados iniciais mostraram que com velocidade de corte entre 480 e 600 m/min, as ferramentas apresentaram um excessivo desgaste com intervalo de vida entre 2 e 15 min, além de rugosidade acima de 3 μm . Na sequência um planejamento fatorial 2^3 foi executado com v_c 100 e 400 m/min, f 0,04 e 0,16 mm/volta e a_p 1 e 1,5 mm. Seus resultados de rugosidade se apresentaram melhor com maior velocidade de corte, menor avanço, profundidade de corte e na condição à seco (1,5 μm). Notaram que nas ferramentas em alta velocidade de corte a refrigeração reduziu o desgaste no flanco, em quaisquer condições de avanço e profundidade, com VB = 0,15 mm (f 0,04 mm/volta e a_p 1 mm) e VB < 0,15 mm (f 0,16 mm/volta e a_p 1,5 mm).

Finalmente, observaram que a refrigeração também causou a diminuição das forças de corte, com valores de 100 N (f 0,04 mm/volta e a_p 1 mm) e 300 N (f 0,16 mm/volta e a_p 1,5 mm). O tempo de usinagem foi de 2 min para as maiores condições de corte.

Este item ratifica a importância do ferro fundido cinzento como material utilizado, principalmente, na indústria automobilística. Além disso, serve de subsídio para comparar condições de corte usando ferramentas cerâmicas com os seus respectivos valores de desgaste, rugosidade e força.

2.6 PLANEJAMENTO DE EXPERIMENTOS

Muitas características dos processos de fabricação são determinadas experimentalmente. Em usinagem, por exemplo, o desenvolvimento de estratégias de fabricação, máquinas, acessórios ou novos materiais de ferramenta de corte exige uma série de estudos experimentais. Infelizmente, estes consomem grande quantidade de recurso financeiro e de tempo. Portanto, elaborar uma estratégia de ensaio sucinta e apoiada em um modelo estatístico é fundamental para uma boa experimentação. O planejamento de experimentos (*Design of Experiments - DOE*) é uma técnica que permite conclusões objetivas e com validade estatística dos resultados obtidos, executando um mínimo de experimentos (ASTHAKOV, 2006). Por outro lado, às vezes, o experimentador deseja apenas verificar se existe diferença real entre tratamentos, assim, a análise de variância pode ser mais adequada (BOX; HUNTER; HUNTER, 1978).

2.6.1 Análise de variância *one way*

A análise de variância (ANOVA) determina se a diferença entre as médias dos tratamentos são maiores do que poderiam ser esperadas a partir da variação que ocorre dentro dos tratamentos. Assim, a análise de variância considera as seguintes fontes de variações (ibid.):

- Variação dentro dos tratamentos (erro):
É determinada pelo somatório dos quadrados dentro de todos os tratamentos conforme a eq.(2.19).

$$S_R = S_1 + S_2 \cdots + S_k = \sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} (y_{ti} - \bar{y}_t)^2 \quad (2.19)$$

Onde, y_{ti} é a i -ésima observação no t -ésimo tratamento e k é o número total de tratamentos. Seguido pelo cálculo do quadrado médio dentro dos tratamentos (erro) ou variância, descrito como, eq.(2.20).

$$s_R^2 = \frac{S_R}{N-k} = \frac{\sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} \frac{(y_{ti} - \bar{y}_t)^2}{N-k}}{N-k} = \frac{S_R}{\nu_R} \quad (2.20)$$

- Variação entre os tratamentos:

A estimativa do quadrado médio entre os tratamentos é dada pela eq.(2.21).

$$s_T^2 = \frac{\sum_{t=1}^k n_t (\bar{y}_t - \bar{y})^2}{k-1} = \frac{S_T}{\nu_T} \quad (2.21)$$

Sendo que o somatório dos quadrados entre os tratamentos é dado pela eq.(2.22).

$$S_T = \sum_{t=1}^k n_t (\bar{y}_t - \bar{y})^2 \quad (2.22)$$

Se as médias variarem de um tratamento para outro, a variância entre os tratamentos tenderá a aumentar.

- Contribuição da média geral:

Uma medida de toda a variação dos dados pode ser obtida ignorando a separação em tratamentos e calculando uma variância simples para todo o agregado de N observações. Dessa forma, o somatório dos quadrados total dos desvios em relação à média geral $\bar{y}$ é dado pela eq.(2.23).

$$S_D = \sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} (y_{ti} - \bar{y})^2 \quad (2.23)$$

E a sua variância é dada pela eq.(2.24).

$$s_D^2 = \frac{\sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} (y_{ti} - \bar{y})^2}{N-1} = \frac{S_D}{\nu_D} \quad (2.24)$$

Sabe-se que existe uma identidade geométrica entre os somatórios dos quadrados, de forma que, $S_D = S_T + S_R$, o mesmo se aplica aos graus de liberdade, $\nu_D = \nu_T + \nu_R$. A quantidade S_D é frequentemente calculada usando a eq.(2.25).

$$S_D = \sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} y_{ti}^2 - N\bar{y}^2 \quad (2.25)$$

Nesta equação o termo $N\bar{y}^2$ é o somatório dos quadrados devido à média geral (S_A), também conhecida como fator de correção. E o termo $\sum_{t=1}^k \sum_{i=1}^{n_t} y_{ti}^2$ é chamado de somatório dos quadrados total (S), de modo que, $S_D = S - S_A$ ou $S = S_A + S_D$. Portanto, reescrevendo, eq.(2.26).

$$S = S_A + S_T + S_R \quad (2.26)$$

E os graus de liberdade associados são, eq.(2.27).

$$N = 1 + k - 1 + N - k \quad (2.27)$$

Definidas as fontes de variação a Tab. 5 apresenta o quadro de análise de variância completo ou quadro de ANOVA.

Tabela 5 – Quadro de análise de variância completo.

Fontes de variação	Somatório dos quadrados	Graus de liberdade	Quadrado médio
Média geral	S_A	$\nu_A = 1$	$s_A^2 = S_A/\nu_A$
Entre tratamentos	S_T	$\nu_T = k - 1$	$s_T^2 = S_T/\nu_T$
Dentro tratamentos (erro)	S_R	$\nu_R = N - k$	$s_R^2 = S_R/\nu_R$
Total	S	N	

A partir da tabela faz-se o teste de hipótese, na qual a hipótese de nulidade (H_0) é de que as médias dos tratamentos são iguais, $\eta_A = \eta_B = \eta_C = \eta_D$, ou seja, não existe diferença. E a hipótese alternativa (H_1) é de que existe diferença significativa entre os tratamentos.

Com o grau de liberdade entre os tratamentos (ν_T) e dentro dos tratamentos (ν_R) recorre-se a distribuição F (Fisher) para o nível de significância (α) desejado e compara-se com o $F_{\text{observado}}$ da relação s_T^2/s_R^2 . Assim, se $F_{\text{observado}} > F_{\nu_T, \nu_R}$ rejeita-se H_0 e define que existe diferença real entre as médias do tratamento.

2.6.2 Planejamento fatorial 2^k

O experimentador faz uso do planejamento de experimentos fatorial quando se deseja determinar a influência de uma ou mais variáveis de entrada (fatores) sobre a(s) variável(s) de saída (respostas), de forma a se ter um sistema como mostrado na Fig. 33 (NETO; SCARMINIO; BRUNS, 1995).

Figura 33 – O sistema é uma função que liga as variáveis de entrada (fatores) às variáveis de saída (respostas) (adaptado de NETO, SCARMINIO E BRUNS, 1995).

Para tanto, se torna necessário definir o número de fatores a serem investigados, que podem ser quantitativos ou qualitativos, e os seus respectivos níveis de abrangência. No planejamento 2^k , o índice k significa a quantidade de fatores e o número 2 a quantidade de níveis variados, assim, todas as possíveis combinações entre estes são expressas no seguinte número de experimentos, $2^k = 2 \times 2 \times \dots \times 2$ (k vezes). Este tipo de planejamento experimental é importante, porque é capaz de indicar tendências, direcionar a pesquisa e permitir conclusões objetivas, através de um pequeno número de experimentos; a partir deste é possível formar planejamentos compostos aumentando quantidade de experimentos; é possível fracioná-los permitindo o estudo mais fatores com a redução da quantidade de ensaios; além disso, a interpretação dos resultados é dada por aritmética elementar (BOX; HUNTER; HUNTER, 1978).

A Tabela 6 apresenta um planejamento fatorial 2^3 , na qual se tem três fatores (A, B e C) sendo variados em dois níveis (-1 e +1).

Tabela 6 – Planejamento fatorial 2^3 .				
Testes	A	B	C	Resposta
1	-1	-1	-1	y_1
2	1	-1	-1	y_2
3	-1	1	-1	y_3
4	1	1	-1	y_4
5	-1	-1	1	y_5
6	1	-1	1	y_6
7	-1	1	1	y_7
8	1	1	1	y_8

Os efeitos a serem observados podem ser distinguidos em, principal e de interação, sendo que o primeiro diz respeito as variáveis de entrada analisadas isoladamente e o segundo a duas variáveis se relacionando.

O efeito principal de um fator é dado pela diferença entre médias, $\bar{y}_{+1} - \bar{y}_{-1}$, onde $\bar{y}_{+1}$ é a resposta média para o nível (+1) e $\bar{y}_{-1}$ é a resposta média para o nível (-1). Por exemplo, Fator A, $\bar{y}_{+1} - \bar{y}_{-1} = [(y_2 + y_4 + y_6 + y_8)/4] - [(y_1 + y_3 + y_5 + y_7)/4]$.

E o efeito de interação é dado pela metade da diferença entre o efeito médio de um fator A com o fator B no nível (+1) e o efeito médio de um fator A com o fator B no nível (-1). Por exemplo, Interação AxB, $\frac{1}{2}\{[(y_4 + y_8)/2 - (y_3 + y_7)/2] - [(y_2 + y_6)/2 - (y_1 + y_5)/2]\}$.

A análise de significância para indicar se existe diferença significativa das variáveis de entrada sobre a resposta, baseia-se em um teste de hipótese que considera o cálculo dos efeitos das variáveis e a comparação com o efeito estimado a partir de um desvio padrão e de um valor correspondente a distribuição t para um dado nível de significância e grau de liberdade (BOX; HUNTER; HUNTER, 1978; NETO; SCARMINIO; BRUNS, 1995). Sabe-se que no planejamento de experimentos fatorial, o nível de significância é adotado para a validação estatística dos resultados, mas este precisa estar em coerência com os fenômenos observados, sendo que estes últimos devem ser explicados com base na literatura.

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

O procedimento experimental está dividido em Pré-testes, que foram experimentos preliminares, e Testes finais, que foram mais abrangentes e permitiram melhor discussão dos resultados.

3.1 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – PRÉ-TESTES

Os Pré-Testes serviram para desenvolver e aprender a metodologia de ensaio para os Testes definitivos que compõem a tese. Este item está dividido em cinco testes preliminares, que serão detalhados a seguir.

3.1.1 Influência dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co

O objetivo desse teste foi estudar a influência de duas variáveis de operação da máquina de SPS.

3.1.1.1 Materiais

O pó e os materiais utilizados foram:

- Resíduo de compactação de metal duro, WC-14m%Co → Tamanho médio de partícula 1,5 μm (fornecido pela Brats/BRA);
- Molde e punção de grafite → Classe ED-3 (Morganite/BRA);
- Folha de grafite → Grafoil GTB (Morganite/BRA).

3.1.1.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Máquina de sinterização → SPS 1050 (Dr. Sinter[®] Syntex Inc./JAP);
- Microscópio óptico → Olympus BX60M (Olympus/BRA);
- Software de análise → Leica Qwin V3 Standard (Leica/EUA).

3.1.1.3 Métodos

As amostras foram sinterizadas a partir de um planejamento experimental fatorial 2^2 , no qual as variáveis de entrada (fatores ou variáveis de operação) foram o Tempo no patamar térmico e a Pressão aplicada; ambos variados em dois níveis. Os valores utilizados

justificam-se para a análise com o menor tempo de patamar e na maior pressão de trabalho, próximo da resistência da classe de grafite do molde. A Tabela 7 mostra o planejamento. A temperatura de sinterização foi fixada em 1100°C e a taxa de aquecimento em 100°C/min. Finalmente, as variáveis de saída analisadas foram a densidade relativa e o aspecto microestrutural.

Tabela 7 – Planejamento experimental 2 ² WC-Co.		
Testes	Tempo de patamar [min]	Pressão [MPa]
1	1	40
2	3	40
3	1	60
4	3	60

Após a medição de massa, os pós soltos foram colocados dentro do molde de grafite com diâmetro externo de 50 mm e diâmetro do furo interno de 20 mm, sendo que a forma do sinterizado obtido foi um disco de espessura de 5 mm. Além disso, folhas de grafite foram utilizadas nas paredes do molde e na interface entre os punções e o pó para facilitar a extração do corpo de prova após o tratamento térmico, ver Fig. 34. Em seguida, os testes foram executados sob pressão uniaxial.

Figura 34 – Esquema de montagem do molde.

A densidade relativa foi estimada a partir da razão entre a experimental e a teórica. A primeira obtida pelo princípio de Arquimedes e a segunda por ficha técnica do fabricante do pó. Essa metodologia será mais bem detalhada no item 3.2 Procedimento Experimental – Testes Definitivos.

O aspecto microestrutural analisado foi a porosidade destacada em cor azul com o auxílio do software Leica Qwin V3 Standard.

3.1.2 Sinterização de FGMs com três camadas no substrato

O objetivo deste teste foi dar início ao desenvolvimento de ferramentas de corte em gradação funcional.

3.1.2.1 Materiais

Os pós e os materiais utilizados foram:

- Cerâmica branca, Al_2O_3 -27,5m% ZrO_2 → Tamanho médio de partícula 0,4 μm ;
- Cerâmica mista ou preta, Al_2O_3 -21,2m% TiC → Tamanho médio de partícula 0,5 μm ;
- Resíduo de compactação de metal duro, WC-14m%Co → Tamanho médio de partícula 1,5 μm (fornecido pela Brats/BRA);
- Molde e punção de grafite → Classe ED-3 (Morganite/BRA);
- Folha de grafite → Grafoil GTB (Morganite/BRA).

3.1.2.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Máquina de sinterização → SPS 1050 (Dr. Sinter® Syntex Inc./JAP);
- Microscópio óptico → SMZ800(Nikon/BRA);
- Câmera CCD → DXM1200F (Nikon/BRA).

3.1.2.3 Métodos

Foi definida uma gradação com três camadas no substrato, de modo que a primeira fosse uma mistura Al_2O_3 - ZrO_2 com 10vol%WC-Co ou Al_2O_3 - ZrO_2 com 30vol%WC-Co ou somente Al_2O_3 - TiC (cerâmica mista); a segunda uma mistura de 50% em volume de cerâmica e metal duro e a terceira apenas metal duro, conforme mostra a Fig. 35, assim foram criadas três estruturas diferentes em FGM.

Figura 35 – Esquema ilustrativo da concepção das amostras.

Um planejamento fatorial 2^2 foi montado, no qual as variáveis de entrada foram o Material da primeira camada (cerâmica misturada com WC-Co ou mista) e o Tempo de

patamar térmico de sinterização (6 ou 12 minutos), ver Tab. 8. As variáveis de saída foram a densidade relativa e a microestrutura.

Tabela 8 – Planejamento experimental 2² FGM 3 camadas.

Testes	Material	Tempo térmico [min]
1	Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ +10v%WC-Co ou Al ₂ O ₃ -TiC	6
2	Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ +30v%WC-Co	6
3	Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ +10v%WC-Co ou Al ₂ O ₃ -TiC	12
4	Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ +30v%WC-Co	12

Os pós foram pesados previamente e sinterizados em molde de grafite cilíndrico, cujo produto da sinterização foi corpos de prova de 20 mm de diâmetro, sendo que as duas primeiras camadas possuíam espessura de 2 mm cada uma, e a terceira 3 mm. Folha de grafite foi utilizada entre as interfaces do molde e punções com os pós para facilitar a extração do sinterizado após o resfriamento. O ciclo térmico e de carregamento da sinterização foram caracterizados por taxa de aquecimento de 100°C/min; prensagem a quente em 1000°C a 65 MPa, com a finalidade de aumentar a interface de contato entre as partículas e beneficiar a densificação; o patamar térmico ocorreu a 1200°C, mas com pressão uniaxial de 40 MPa para evitar o escoamento viscoso (fase líquida) de metal duro para fora do molde. O resfriamento foi controlado a uma taxa de 50°C/min.

A densidade relativa foi calculada a partir da razão entre aquela medida experimentalmente (princípio de Arquimedes) e a teórica obtida pela regra das misturas, a partir dos dados técnicos dos pós.

A análise da microestrutura foi realizada utilizando um microscópio óptico com câmera CCD acoplada que possibilitou o registro das imagens.

3.1.3 Sinterização de FGMs com seis camadas no substrato

O objetivo desta etapa foi apresentar a concepção de uma ferramenta de corte em graduação funcional com seis camadas no substrato correlacionando os resultados de densidade relativa, microestrutura e tensão residual térmica estimada.

3.1.3.1 Materiais

Os pós e os materiais utilizados foram:

- Al₂O₃-ZrO₂ → Tamanho médio de partícula 0,2 µm (NanoAmor/EUA);
- Al₂O₃-TiC → Tamanho médio de partícula 0,2 µm (NanoAmor/EUA);

- WC-Co (K20) → Tamanho médio de partícula 1,5 μm (Sandvik/FRA);
- Molde e punção de grafite → Classe ED-3 (Morganite/BRA);
- Folha de grafite → Grafoil GTB (Morganite/BRA);
- Elementos de moagem → Metal duro.

3.1.3.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Chapa aquecedora → Q313A (Quimis/BRA);
- Máquina de sinterização → SPS 1050 (Dr. Sinter®Syntex Inc./JAP);
- Microscópio óptico → SMZ800 (Nikon/BRA);
- Câmera CCD → DXM1200F (Nikon/BRA).

3.1.3.3 Métodos

Foi proposta a fabricação de duas estruturas em FGM com seis camadas no substrato, uma envolvendo $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co e outra de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e WC-Co. Nesse primeiro conjunto a fração de volume variou de acordo com a Tab. 9.

Tabela 9 – Fração de volume dos constituintes (1°C onjunto).

Camadas	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{/TiC}$	WC-Co
1	100%	—
2	86%	14%
3	72%	28%
4	58%	42%
5	44%	56%
6	30%	70%

Os pós foram misturados em meio líquido de álcool isopropílico, sem material de moagem por 30 minutos, posteriormente foram secos em uma chapa aquecedora. Feita as misturas, os materiais foram pesados e colocados na sequência de camadas em um molde de grafite, fazendo uso da folha de grafite para evitar adesão entre as partes, em seguida foram levados para a etapa sinterização. A Figura 36 ilustra a montagem do molde com a concepção das camadas do FGM.

Figura 36 – Esquema de montagem do molde para os FGMs de 6 camadas.

O tratamento térmico ocorreu com os seguintes parâmetros: pressão de 70 MPa, temperatura de 1200°C, tempo de patamar de 5 min, taxa de aquecimento e resfriamento de 100 e 70°C/min, respectivamente.

Finalmente, a densidade relativa, a microestrutura e o cálculo de tensão residual térmica na posição central de cada camada dos sinterizados foram analisados. O modelo de tensão residual utilizado foi descrito por Ravichandran (1995), sendo derivado do equilíbrio termo-elástico, por isso leva em conta o coeficiente expansão térmica e o módulo de elasticidade, ambos variando com a fração de volume dos materiais ao longo da espessura da amostra. Este modelo será detalhado no item 3.2.1 do Procedimento Experimental – Testes.

Feitas as análises, foi proposto um segundo conjunto de amostras. Os pós desse conjunto também foram misturados em meio líquido, porém com material de moagem (metal duro) por 1 hora. Posteriormente, os pós foram secos em uma chapa aquecedora.

A variação da fração de volume do segundo conjunto está apresentada na Tab. 10. E foi definida a partir do cálculo de tensão residual térmica na posição central de cada camada previamente ao tratamento térmico.

Tabela 10 – Fração de volume dos constituintes (2º Conjunto).

Camadas	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2/\text{TiC}$	WC-Co
1	100%	—
2	86%	14%
3	79%	21%
4	72%	28%
5	58%	42%
6	44%	56%

Todo o procedimento de preparação dos moldes e colocação dos pós foi repetido, e a sinterização ocorreu com os seguintes parâmetros: pressão de 70 MPa, temperatura de 1300°C, tempo de patamar de 5 min, taxa de aquecimento e resfriamento de 100 e 70°C/min, respectivamente.

Após a operação foram analisadas a densidade relativa e a microestrutura.

3.1.4 Ensaio mecânico preliminar

O objetivo do ensaio foi determinar a resistência à flexão de amostras cerâmicas homogêneas e FGMs de seis camadas, considerando o conjunto com melhor resposta.

3.1.4.1 Materiais

Os materiais ensaiados e outros utilizados foram:

- Al_2O_3 -TiC;
- Al_2O_3 - ZrO_2 ;
- FGM, Al_2O_3 -TiC e WC-Co;
- FGM, Al_2O_3 - ZrO_2 e WC-Co;
- Molde e punção de grafite → Classe ED-3 (Morganite/BRA);
- Folha de grafite → Grafoil GTB (Morganite/BRA);
- Disco de corte diamantado → 15HC (Buehler/EUA).

3.1.4.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Máquina de sinterização → SPS 1050 (Dr. Sinter® Syntex Inc./JAP);
- Máquina de ensaio universal → MTS Sintech5/G (MTS/EUA);
- Máquina de corte metalográfica → IsoMet 4000 (Buehler/EUA).

3.1.4.3 Métodos

O ensaio de flexão em três pontos foi executado a partir de adaptação da norma ASTM C1161-02c:2008. A dimensão das amostras sinterizadas (a 50 MPa, 1300°C e por 5 min) foi de 25 mm de comprimento, 13 mm de largura e 6 mm de espessura, aproximadamente. Cabe citar que todo o procedimento de preparação dos moldes com folha de grafite e mensuração dos pós foi realizado. Na sequência as amostras sinterizadas foram fatiadas em uma máquina de corte metalográfica, fazendo uso de disco diamantado. Assim,

se obtiveram corpos de prova (CPs) de 25x4x6 [mm]. O ensaio foi realizado com CPs na condição de como fabricados e com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min. Este ensaio será mais bem detalhado no item 3.2.5 Ensaio Mecânico do Procedimento Experimental (item 3.2).

3.1.5 Teste de usinagem preliminar

Neste teste objetivou-se comparar a força de corte de insertos FGM com seis camadas, do conjunto com melhor resposta, com a de um inserto de metal duro comercial, e observar a resistência das ferramentas de FGM ao corte.

3.1.5.1 Materiais

Os materiais utilizados foram:

- Ferramentas de FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ (seis camadas), conforme ISO 1832:1991 → ISO SNGN 12 07 (inserto quadrado, sem ângulo de folga e quebra-cavaco, com aproximadamente 13 mm de aresta de corte e 7,9 mm de espessura);
- Suporte de ferramenta, conforme ISO 1832:1991 → CSRNR 2525 M12-4 (haste quadrada de 25 mm, ângulo de saída de -6° , ângulo de posição de 75° e ângulo de inclinação de -6°) (Sandvik/BRA);
- Ferramenta de metal duro, classe P30/40, conforme ISO 1832:1991 → TPUN 160304 (inserto triangular, ângulo de folga de 11° e sem quebra-cavaco, com 16 mm de aresta e 3,18 mm de espessura) (Brassinter/BRA);
- Suporte de ferramenta, conforme ISO 1832:1991 → CTGPR 2020 K16 (haste quadrada de 20 mm, ângulo de saída de 0° , ângulo de posição de 91° e ângulo de inclinação de 0°) (Iscar/BRA);
- Barras de aço inoxidável martensítico → VSM 13 (Villares Metals/BRA).

3.1.5.2 Equipamentos

Os equipamentos utilizados foram:

- Torno convencional → Romi S30 (Romi/BRA);
- Dinamômetro, amplificador de sinais e software → 9265B/9441B, 5070A11100, DynoWre 2825A1-2 (Kistler/CHE).

3.1.5.3 Método

O teste de usinagem foi executado fora dos padrões para uma ferramenta cerâmica, no que se refere ao material da peça e máquina-ferramenta utilizada, justamente, para observar a capacidade dos insertos. Sendo assim, as ferramentas em FGM foram montadas no suporte de ferramenta para torneamento, e este conjunto no castelo do dinamômetro Kistler, para o monitoramento da força de corte (na direção da velocidade de corte), que por sua vez, estava montado no carro do torno convencional.

Dessa forma, se realizou o cilindramento de um aço inoxidável martensítico (VSM 13), 276,4 HV30, durante um percurso de avanço (L_f) de 10 mm, nas condições de $v_c = 100$ m/min, $f = 0,205$ mm/min e $a_p = 2$ mm. Os resultados de força de corte com as ferramentas em FGM foram comparados com o inserto de metal duro, e também foram observadas a sua resistência ao corte.

3.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL – TESTES

Este item está dividido em seis subitens: preparação e caracterização dos pós, planejamento experimental para a operação de sinterização, caracterização do sinterizado, sinterização dos corpos de prova (CPs), ensaios mecânicos e planejamento experimental para os testes de usinagem. A Figura 37 organiza o conjunto de atividades e seus respectivos procedimentos serão descritos a seguir.

Figura 37 – Fluxograma do conjunto de atividades experimentais.

3.2.1 Preparação e caracterização dos pós

O objetivo deste item é informar a metodologia de preparo da mistura dos pós, a caracterização dos mesmos, bem como definir o número de camadas e a fração de volume utilizada nos sinterizados.

3.2.1.1 Materiais

Os pós e os materiais utilizados foram:

- Al_2O_3 → Tamanho médio de partícula 0,2 μm (NanoAmor/EUA);
- TiC → Tamanho médio de partícula 0,08 μm (NanoAmor/EUA);
- $\text{ZrO}_2(3\text{Y})$ → Tamanho médio de partícula 0,04 μm (NanoAmor/EUA);
- Metal duro (K20), WC-Co → Tamanho médio de partícula 1,5 μm (Sandvik/FRA);
- Elementos de moagem → Metal duro;
- Álcool isopropílico.

3.2.1.2 Equipamentos

Equipamentos utilizados:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Chapa aquecedora → Q313A (Quimis/BRA);
- Espectrômetro por fluorescência de raios-X (FRX) → Axios Advanced (PANalytical/HOL);
- Difratorômetro de raios-X (DRX) → X' PERT (PANalytical/HOL);
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) → Quanta 600FEG (FEI/EUA);
- Microsonda para análise de raios-X (EDS) → Quantax (Bruker/ALE).

3.2.1.3 Método

Os pós de partida Al_2O_3 , TiC e ZrO_2 foram pesados e misturados para formar compósitos cerâmicos de Al_2O_3 -TiC e Al_2O_3 - ZrO_2 , com fração de volume de TiC e ZrO_2 de 30%. Essas misturas foram feitas em meio líquido de álcool isopropílico, com material de moagem a uma taxa mássica de 1:1 e por 2 horas. Na sequência, esses pós foram secos, desaglomerados e o material de moagem removido. Os pós de alumina e metal duro (WC-Co) também foram misturados, seguindo a mesma metodologia, em diferentes frações de volume para formar duas estruturas em FGM (Al_2O_3 -TiC+WC-Co e Al_2O_3 - ZrO_2 +WC-Co) com oito camadas ao longo da espessura. A Tabela 11 apresenta as frações volumétricas obtidas das misturas, de modo, que foram definidas oito camadas.

Tabela 11 – Fração de volume dos FGMs.

Camadas	Al ₂ O ₃ -TiC/ZrO ₂	WC-Co
1	100%	—
2	95%	5%
3	90%	10%
4	85%	15%
5	80%	20%
6	75%	25%
7	70%	30%
8	65%	35%

Os pós de Al₂O₃-TiC, Al₂O₃-ZrO₂ e WC-Co foram caracterizados através de espectrometria por fluorescência de raios-X para detectar os elementos da composição e, principalmente, confirmar as frações de volume de 30% de TiC e ZrO₂ usadas nas aluminas. Também foi feito difratometria de raios-X (DRX) para caracterizar as fases presentes nos pós de partida, especialmente, para detectar a fase tetragonal da zircônia (t-ZrO₂), uma vez que ela é estabilizada com ítria, e a monoclinica (m-ZrO₂). Posteriormente, estes resultados foram comparados com os dos produtos sinterizados, para revelar se a operação de sinterização foi capaz de induzir reações para formar fases cristalinas que pudessem afetar as propriedades mecânicas do material. Finalmente, micrografias por MEV e mapeamentos químicos por EDS foram realizados para evidenciar a morfologia dos pós e seus elementos químicos principais.

O projeto da estrutura em FGM foi realizado considerando o modelo de tensão residual térmica descrito por Ravichandran (1995). Ele é um modelo termo-mecânico unidimensional empregado para ajudar no projeto de sistemas em gradação funcional e para evitar e/ou explicar trincas de origem térmica através do cálculo da tensão residual. Após a sinterização, durante o resfriamento, a peça em FGM recebe duas principais contribuições tensoriais: uma referente a tensões de equilíbrio (σ_r) entre compressão e tração, ver eq.(3.1), e outra, do equilíbrio de momentos (M_r) devido à assimetria na distribuição de tensões, por causa da variação na proporção dos constituintes ao longo da espessura (y), eq.(3.2). Por sua vez, o cálculo é derivado do equilíbrio termo-elástico, por isso leva em conta o coeficiente expansão térmico (α) e o módulo de elasticidade (E), ambos variando com a fração de volume na espessura, e determinados pela regra das misturas.

$$\sigma_r(y) = \underbrace{\alpha(y)E(y)\Delta T}_{\text{T. tração}} - E(y) \underbrace{\frac{\int_{-y}^y \alpha(y)E(y)\Delta T dy}{\int_{-y}^y E(y) dy}}_{\text{T. compressão}} \quad (3.1)$$

$$M_t = \int_{-y}^y \sigma_r(y) y dy \quad (3.2)$$

A partir do equilíbrio de momentos surgem tensões de flexão, que permite o cálculo da tensão residual total (σ_{res}), como mostrado na eq.(3.3).

$$\sigma_{res}(y) = E(y) \left[\alpha(y) - \frac{A_1}{E_1} + \frac{\left\{ A_2 - \frac{A_1}{E_1} E_2 \right\} \{ y E_1 - E_2 \}}{\{ E_1 E_3 - E_2^2 \}} \right] \Delta T \quad (3.3)$$

$$A_1 = \int_{-y}^y \alpha(y) E(y) dy; \quad A_2 = \int_{-y}^y \alpha(y) E(y) y dy;$$

$$E_1 = \int_{-y}^y E(y) dy; \quad E_2 = \int_{-y}^y E(y) y dy; \quad E_3 = \int_{-y}^y E(y) y^2 dy;$$

ΔT é a variação da temperatura de sinterização até a ambiente.

Dessa forma, foi estimada na posição central de cada camada a tensão residual total, que permitiu definir a quantidade de camadas em função da espessura da amostra, aquela(s) que é/são mais crítica(s), e assim, comparar o valor calculado com o obtido de resistência à fratura a partir da literatura.

3.2.2 Planejamento experimental 2³ para a operação de sinterização

O objetivo do planejamento experimental para a operação de sinterização foi evidenciar a influência, principalmente, de alguns parâmetros de máquina na qualidade do produto sinterizado em gradação funcional, uma vez que, os pós utilizados nos pré-testes possuíam tamanho de partícula e origem diferente destes utilizados nos testes finais. Assim, se pôde quantificar o efeito e a significância desses parâmetros.

3.2.2.1 Materiais

Os pós utilizados foram:

- FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ → conjunto de oito camadas de pós de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e WC-Co em diferentes frações de volume;
- FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ → conjunto de oito camadas de pós de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co em diferentes frações de volume;
- Moldes de grafite → Classe MBIS60X (Morganite/BRA);
- Folha de grafite → Grafoil GTB (Morganite/BRA).

3.2.2.2 Equipamentos

Equipamento utilizado:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Máquina de sinterização → SPS 1050 (Dr. Sinter® Syntex Inc./JAP), ver Fig. 38.

Figura 38 – Máquina de sinterização por SPS.

3.2.2.3 Método

O planejamento fatorial 2^3 executado considera três fatores que foram variados em dois níveis (-1) e (+1). Os fatores foram o material de ferramenta de corte (FGM AlTiC e FGM AlZr) e dois parâmetros de máquina (Temperatura e Pressão), ver Tab. 12. O tempo de patamar térmico foi fixado em 6 min.

Tabela 12 – Planejamento fatorial 2^3 – Operação de sinterização.

Testes	Material	Temperatura	Pressão
1	-1 (AlTiC)	-1 (1200°C)	-1 (50 MPa)
2	1 (AlZr)	-1 (1200°C)	-1 (50 MPa)
3	-1 (AlTiC)	1 (1350°C)	-1 (50 MPa)
4	1 (AlZr)	1 (1350°C)	-1 (50 MPa)
5	-1 (AlTiC)	-1 (1200°C)	1 (80 MPa)
6	1 (AlZr)	-1 (1200°C)	1 (80 MPa)
7	-1 (AlTiC)	1 (1350°C)	1 (80 MPa)
8	1 (AlZr)	1 (1350°C)	1 (80 MPa)

Os pós foram pesados e colocados no molde de grafite com formato prévio de um inserto quadrado (14,5 mm de lado), seguindo a sequência definida de camadas. Folha de grafite foi utilizada nas paredes do molde e na interface entre os punções para envolver o pó, evitar adesão e facilitar a remoção do sinterizado após o resfriamento.

A sinterização ocorreu por SPS em uma câmara de baixo vácuo (~ 10 Pa), com descarga de corrente elétrica contínua (DC), na forma de pulsos com duração de 3 ms no modelo 12:2 (on:off), com aplicação de pressão uniaxial e com taxa de aquecimento e resfriamento, respectivamente, de 100 e 80°C/min.

A Figura 39, em corte, ilustra a montagem do molde para a sinterização de uma peça em gradação funcional com oito camadas, na qual se pode notar o molde, os punções, a indicação da pressão uniaxial (P), a folha de grafite e a amostra.

Figura 39 – Esquema de montagem do molde para os FGMs de 8 camadas.

3.2.3 Caracterização do sinterizado

A caracterização do sinterizado é a resposta para o planejamento experimental citado anteriormente, cujo resultado destaca a influência das variáveis de entrada sobre a saída, e a partir de inferência estatística possibilita, inclusive, a escolha da melhor condição de teste. A caracterização foi baseada na determinação da densidade relativa, na observação da microestrutura por microscopia óptica (MO) e eletrônica de varredura (MEV), análise química das camadas por espectrometria de energia dispersiva por raios-X (EDS), além de difratometria de raios-X (DRX) de sinterizados homogêneos em condição análoga à melhor escolhida pelo planejamento.

3.2.3.1 Materiais

Os materiais utilizados foram:

- Água destilada;
- Béquer.

3.2.3.2 Equipamentos

Equipamentos utilizados:

- Balança analítica para medição de massas → AL200C (Marte/BRA);
- Termômetro;
- Chapa aquecedora → Q313A (Quimis/BRA);
- Dessecador → DCV040 (ARSEC/BRA);
- Microscópio óptico (MO) → SMZ800 (Nikon/BRA);
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) → Quanta 600FEG (FEI/EUA);
- Microsonda para análise de Raios X (EDS) → Quantax (Bruker/ALE);
- Difrátômetro de raios-X (DRX) → X' PERT (PANalytical/HOL).

3.2.3.3 Método

A metodologia utilizada para a determinação da densidade experimental e, posteriormente, a relativa foi o princípio de Archimedes amparado pela norma ISO 10545-3:1995(E). As amostras sinterizadas foram aquecidas em uma chapa até 110°C para remoção de umidade, resfriadas em dessecador e em seguida a massa seca, m_1 , foi mensurada. O registro ocorreu somente a partir de uma diferença entre sucessivas medições no intervalo de 24 horas inferior a 0,1%. Na sequência as amostras foram colocadas verticalmente em um béquer com água destilada, aquecidas até a temperatura de ebulição por 2 horas e resfriadas em meio líquido, para ser mensurada a massa úmida, m_2 . Finalmente, a massa suspensa das amostras, m_3 , em água destilada foi executada. A Figura 40 ilustra a preparação das amostras para a medição de massas. A densidade experimental, ρ_{exp} , foi determinada pela eq.(3.4), a teórica, ρ_{teor} , pela eq.(3.5) e a relativa, ρ_{rel} , pela eq.(3.6).

$$\rho_{exp} = \frac{m_1}{m_2 - m_3} \cdot \rho_{H_2O} \text{ [g/cm}^3\text{]} \quad (3.4)$$

Onde a densidade da água, $\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002135T$, é levemente dependente da temperatura em °C, T .

$$\frac{1}{\rho_{teór}} = \frac{\%massa_{Al_2O_3}}{\rho_{Al_2O_3}} + \frac{\%massa_{WC-Co}}{\rho_{WC-Co}} \text{ [g/cm}^3\text{]} \quad (3.5)$$

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{exp}}{\rho_{teór}} \cdot 100 \text{ [%]} \quad (3.6)$$

A densidade teórica, $\rho_{teór}$, foi obtida por dados técnicos dos fornecedores dos pós e fazendo uso da regra das misturas (GERMAN; PARK, 2008).

Figura 40 – Preparação das amostras para medição de massas: (a) Chapa aquecedora para remoção de umidade, massa seca; (b) Em água para ferver, massa úmida; (c) Aparato de Archimedes, massa suspensa.

Embora, a densidade relativa seja uma das mais importantes propriedades para avaliação do sinterizado, ela não deve ser considerada de maneira isolada. A observação da microestrutura é igualmente importante para evidenciar trincas, porosidade, homogeneidade ou heterogeneidade entre as fases, tamanho de grão, contorno de grão e etc; ratificando o sucesso ou o insucesso de todo o processo de metalurgia do pó (GERMAN, 1996; RAHAMAN, 2003). Para tanto, registro e análise da microestrutura das camadas dos FGMs em MO, MEV, análise química por EDS e DRX de sinterizados homogêneos para comparação de fases foram executados.

3.2.4 Sinterização dos corpos de prova (CPs)

Esta etapa consiste na sinterização de corpos de prova para o ensaio mecânico de flexão em três pontos e de usinagem (insertos) na melhor condição pré-definida, conforme a norma ASTM C1161:2008 (adaptação) e ISO 1832:1991, respectivamente. A configuração dos moldes utilizados é apresentada na Fig. 41.

As dimensões das amostras sinterizadas para o ensaio de flexão foram de 25 mm de comprimento, 13 mm de largura e 6 mm de espessura, aproximadamente. Todo o procedimento de preparação dos moldes com folha de grafite e mensuração de massa dos

pós foi realizado. As sinterizações ocorreram na condição de 50 MPa, 1350°C e por 6 min, exceto para os espécimes de metal duro (homogêneo), que foram tratados a 50 MPa, 1100°C e 6 min. Ao todo foram fabricadas três amostras para cada cerâmica homogênea, FGM e metal duro. Na sequência as amostras foram cortadas em uma máquina de corte metalográfica (IsoMet 4000, Buehler/EUA), fazendo uso de disco diamantado (15HC, Buehler/EUA). Assim, se obteve CPs de 25x4x6 [mm].

Figura 41 – Esquema dos moldes de grafite para os CPs: (a) Ensaio de Flexão; (b) insertos para o Ensaio de Usinagem.

As dimensões aproximadas das amostras sinterizadas para a fabricação dos insertos quadrados de usinagem em gradação funcional foram de 14,5 mm de lado, 8 mm de espessura e 4 mm de raio de ponta. A condição de sinterização para a fabricação das ferramentas é um resultado experimental e será exposto no item 4.2.2 Caracterização do sinterizado. Após a sinterização as amostras passaram por uma etapa de retificação para remover as rebarbas e atingir a dimensão final de 13 mm de lado. Todavia, a máquina ferramenta utilizada era do tipo plana (modelo RTP2, Mello/BRA), portanto, ela não fazia interpolação circular para que se fosse possível realizar o chanfro ou raio de arredondamento nas arestas das ferramentas, principalmente, no raio de ponta das mesmas. O chanfro ou o raio de arredondamento é comum nos insertos intercambiáveis, sobretudo, nas cerâmicas, pois tem a função de protegê-las, uma vez que o material é frágil. No que se refere ao raio de ponta, a estratégia adotada foi executá-lo previamente no molde, de modo que, ao término da retificação a ferramenta teria um aspecto de ponta “chanfrada” e arestas em quina viva, ver Fig. 42.

Figura 42 – Concepção do inserto: (a) Projeto de molde; (b) Depois de retificada.

3.2.5 Ensaios mecânicos

Foram realizados três ensaios mecânicos: ensaio de flexão em três pontos, dureza e tenacidade à fratura; os quais serão descritos a seguir.

3.2.5.1 Materiais

Os materiais utilizados foram CPs de:

- Cerâmica mista ou preta, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$;
- Cerâmica branca, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$;
- WC-Co;
- FGM AlTiC, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e WC-Co;
- FGM AlZr, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co.

3.2.5.2 Equipamentos

Equipamentos utilizados:

- Máquina de ensaio universal → MTS Sintech5/G (MTS/EUA);
- Durômetro → Vickers VMT-7 (Buehler/EUA).

3.2.5.3 Métodos

Os ensaios de flexão em três pontos foram executados nas amostras sinterizadas para verificar se existe diferença de resistência à flexão entre cerâmicas homogêneas, FGMs e metal duro, sabendo que cada material é um tratamento da análise de variância (ANOVA *one way*). Os ensaios foram realizados a partir de adaptação da norma ASTM C1161-02c:2008, na qual a dimensão dos CPs foi de 25 mm de comprimento, 4 mm de largura e 6 mm de espessura. O vão entre a parte biapoada foi de 20 mm e o diâmetro dos roletes de 3 mm. Além disso, as amostras foram ensaiadas como fabricadas, com taxa de deslocamento de 0,5 mm/min e taxa de aquisição de 50 Hz. Ao todo foram ensaiados pelo menos seis CPs de cada material. A Figura 43 ilustra a montagem do aparato, cabe citar

que as amostras em FGM, foram posicionadas de modo que a camada de cerâmica homogênea (1ª) foi submetida à compressão e a última (8ª) à tração.

Figura 43 – Configuração do ensaio de flexão em três pontos.

A resistência a flexão foi determinada pela seguinte equação eq.(3.7) (ASTM C1161c:2008), onde, P , é a força de ruptura; L , é o vão entre os apoios; b , a largura da amostra e, d , a sua espessura.

$$S = \frac{3PL}{2bd^2} \quad (3.7)$$

O objetivo do ensaio de dureza Vickers foi caracterizar o material cortante das ferramentas em gradação funcional, ou seja, apenas a camada com cerâmica homogênea ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$), além do metal duro homogêneo. As endentações foram realizadas nos CPs do ensaio de flexão, depois de testados, todavia, como a camada dos CPs de FGM são finas, preferiu-se executar o ensaio nos CPs de cerâmicas homogêneas, uma vez que, estes foram sinterizados em condições análogas às dos FGMs. Dessa forma, as amostras foram previamente embutidas à quente (SimpliMet 3000, Buehler/EUA), lixadas (pó de SiC na grana de 400, 600 e 1000, Buehler/EUA) e polidas (pasta de diamante MetaDi II de 15, 6 e 1 μm em pano de Nylon PSA, Buehler/EUA). Um total de 10 endentações foram executadas com carga de 5 kgf para as aluminas e 10 kgf para o metal duro, em adaptação à norma ASTM C1327-8:2008.

Finalmente, o ensaio de tenacidade à fratura (K_{IC}) foi realizado pelo método de impressão Vickers, também com o objetivo de caracterizar o material cortante das ferramentas de FGM. O CPs ensaiados foram aqueles do ensaio de flexão (cerâmicas homogêneas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, além do WC-Co) e a carga utilizada foi de 5 kgf para

as aluminas e 10 kgf para metal duro, de modo que, a relação entre o comprimento médio da trinca medida a partir do centro da endentação (c) e o valor médio da diagonal da endentação ($2a$) foi $c > 2a$. Assim, o perfil de trinca observado foi radial-mediana e a equação utilizada para calcular o valor de K_{IC} foi eq.(3.8).

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (3.8)$$

Onde E é o módulo de elasticidade [GPa]; H é a dureza [GPa]; P é a carga aplicada [N]; c é o comprimento da trinca [m] e K_{IC} em geral dado em [MPa.m^{1/2}].

3.2.6 Planejamento experimental 2³ para o ensaio de usinagem

O ensaio de usinagem teve como objetivo avaliar o desempenho das ferramentas de corte em gradação, para tanto um planejamento experimental foi proposto para evidenciar a influência dos parâmetros de operação na vida das ferramentas, nas forças de corte e na rugosidade das superfícies usinadas.

3.2.6.1 Materiais

Os materiais utilizados foram:

- Ferramentas de corte em FGM Al₂O₃-TiC e Al₂O₃-ZrO₂, conforme ISO 1832:1991 → ISO SNGN 12 07 (inserto quadrado, sem ângulo de folga e quebra-cavaco, com aproximadamente 13 mm de aresta de corte e 7,9 mm de espessura);
- Suporte de ferramenta, conforme ISO 1832:1991 → CSRNR 2525 M12-4 (haste quadrada de 25 mm, ângulo de saída de -6°, ângulo de posição de 75° e ângulo de inclinação de -6°) (Sandvik/BRA);
- Barras de ferro fundido cinzento → FC 250 (Tupy/BRA).

O ferro fundido cinzento, FC 250, é um ferro de matriz perlítica e com grafita na forma de veios, possui dureza média 200 HB e composição química, conforme mostrado na Tab. 13.

Tabela 13 – Composição química do FC 250 (Tupy, 2011).

C	Si	Mn	P	S	Cr	Sn	Cu
3,03	2,53	0,46	0,06	0,13	0,11	0,01	0,17

A microestrutura característica do material é apresentada na Fig. 44.

Figura 44 – Representação da microestrutura do FC 250. (a) grafita na forma de veios; (b) matriz perlítica (Tupy, 2011).

3.2.6.2 Equipamentos

Equipamentos utilizados:

- Torno CNC → TRAUB TND 360 (Ergomat/BRA);
- Dinamômetro, amplificador de sinais e software → 9265B/9441B, 5070A11100, DynoWare 2825A1-2 (Kistler/CHE);
- Microscópio óptico → Olympus BX60M (Olympus/BRA);
- Rugosímetro → SJ 201P (Mitutoyo/BRA).

3.2.6.3 Método

Os ensaios de usinagem consistiram em um torneamento contínuo de cilindrando de ferro fundido cinzento em um torno CNC, seguindo um planejamento fatorial 2^3 , no qual os fatores variados em dois níveis (-1) e (+1) foram o Material da ferramenta de corte (FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$), a Velocidade de corte (v_c) e o Avanço (f), conforme mostra a Tab. 14. A profundidade de corte (a_p) foi mantida fixa em 2 mm.

Tabela 14 – Planejamento fatorial 2^3 – Ensaio de usinagem.

Testes	Material	v_c [m/min]	f [mm/min]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)

As variáveis de saída monitoradas durante o torneamento foram a vida da ferramenta, as forças de corte e a rugosidade da superfície usinada. A vida foi avaliada

conforme a ISO 3685:1993, mensurando a evolução do desgaste em função do percurso de avanço (L_f) da ferramenta, a cada passe de 30 mm, e do tempo de corte, sabendo que o percurso de cada teste foi definido em 360 mm. A cada passe a ferramenta era removida do seu suporte e levada ao microscópio óptico para registro do desgaste com auxílio do software de análise Qwin V3 Standard (Leica/EUA). As forças de usinagem foram monitoradas com o auxílio do dinamômetro, amplificador de sinais e software de análise ambos da Kistler, operado em um intervalo de -15 a 15 kN para F_x e F_y e de 0 a 30 kN para F_z , com taxa de aquisição 500 Hz, ver Fig. 45. Além disso, a rugosidade da superfície usinada foi avaliada através dos parâmetros R_a , R_q e R_t , em três planos dispostos a 120° , tendo o comprimento de amostragem (*cut-off*) escolhido conforme a ISO 4288:1986, ver Fig. 46. Todas essas variáveis foram usadas para comparação estatística e para o controle adaptativo da operação. Assim, também se utilizou uma ferramenta de corte comercial de Si_3N_4 , revestida com $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiN}$, com a mesma designação geométrica ISO dos FGMs, em uma dada condição de corte, como referência para análise das variáveis de saída

Figura 45 – Montagem do sistema de aquisição de força de usinagem.

Figura 46 – Monitoramento da rugosidade.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Preliminarmente, serão apresentados os principais resultados dos Pré-testes e em seguida os resultados dos Testes finais.

4.1 RESULTADOS DOS PRÉ-TESTES

Este item está dividido em análise dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co, sinterização de FGMs com três e seis camadas no substrato, ensaio de flexão e teste de usinagem.

4.1.1 Influência dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co

Utilizando pós de resíduo de compactação de metal duro (WC-Co), as amostras foram sinterizadas por SPS a uma temperatura de 1100°C com taxa de aquecimento de 100°C/min para estudar a influência de dois parâmetros de operação, Tempo de patamar na temperatura de sinterização e Pressão aplicada, em função da densidade relativa.

A Tabela 15 apresenta os resultados do planejamento para a densidade relativa.

Tabela 15 – Resultado do planejamento para densidade relativa.

Testes	Tempo de patamar [min]	Pressão [MPa]	ρ_{rel} [%]
1	1	40	82,52
2	3	40	83,35
3	1	60	85,33
4	3	60	86,68

Estes resultados foram analisados estatisticamente com nível de significância (α) de 6% e intervalo de confiança (IC) de 95%, ver Tab. 16.

Tabela 16 – Análise de significância para densidade relativa.

Fatores	Efeito	Err. Pad.	t	p	IC -95	IC +95
Média	84,4700	0,1300	649,7692	0,000980	82,8182	86,1218
Tempo	1,0900	0,2600	4,1923	0,149069	-2,2136	4,3936
Pressão	3,0700	0,2600	11,8077	0,053787	-0,2336	6,3736

Pela tabela observa-se que a pressão influenciou significativamente os resultados de densidade, de modo que o aumento desta variável do nível (-1) para o (+1) provocou um efeito médio de aumentar a resposta em 3%.

A Figura 47 apresenta uma superfície de resposta para a densidade relativa em função das variáveis de entrada (Tempo de patamar e Pressão), de modo que se pode

observar que elevando os parâmetros de sinterização têm-se os maiores níveis de densidade, e o oposto reflete na diminuição destes.

Figura 47 – Superfície de resposta para densidade relativa.

Ao observar o aspecto microestrutural das amostras, ver Fig. 48 e 49, nota-se que o aumento da pressão provocou uma diminuição da porosidade, destacada em azul, inclusive quando se compara a região de análise das amostras (centro e periferia). German (1996) e Kang (2005) citam que o aumento da pressão conduz a um aumento no contato entre as partículas do pó promovendo rearranjo, deformação ou até fratura das mesmas; tendo como consequência elevação da taxa de sinterização. Com o aumento da pressão, o contato entre as partículas aumentaram, e isso pode ter beneficiado o fluxo de corrente elétrica pelo material, que por sua vez, tornou o tratamento térmico mais efetivo na eliminação dos poros ao longo de toda amostra no tempo de patamar de 3 minutos.

Figura 48 – Micrografias das amostras sinterizadas com um patamar de 1 minuto.
(a) 40 MPa Borda, (b) 40 MPa Meio, (c) 60 MPa Borda e (d) 60 MPa Meio.

Figura 49 – Micrografias das amostras sinterizadas com um patamar de 3 minutos.
(a) 40 MPa Borda, (b) 40 MPa Meio, (c) 60 MPa Borda e (d) 60 MPa Meio.

4.1.2 Sinterização de FGMs com três camadas no substrato

Neste conjunto de testes foi definida uma gradação com três camadas no substrato, de modo que a primeira foi uma mistura $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com 10vol%WC-Co ou $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com 30vol%WC-Co ou $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ (cerâmica mista); a segunda uma mistura de 50% em volume de cerâmica e metal duro e a terceira apenas metal duro. Dessa forma, foram criadas três estruturas diferentes em gradação funcional, e para tanto, foram gerados dois planejamentos um entre as misturas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co e outro entre a melhor resposta deste com a cerâmica mista, considerando a primeira camada como variável de entrada. A sinterização foi executada a 1200°C e a 40 MPa.

A Tabela 17 apresenta os resultados do planejamento 2^2 em função da densidade relativa para as misturas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com 10 e 30% em volume de WC-Co.

Tabela 17 – Resultados de densidade relativa para misturas de alumina com metal duro.

Materiais	Tempo [min]	ρ_{rel} [%]
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+10v\%WC-Co}$	6	89,47
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$	6	85,65
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+10v\%WC-Co}$	12	92,03
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$	12	99,94

Estes resultados foram analisados estatisticamente com nível de significância (α) de 16% e intervalo de confiança (IC) de 95%, e estão apresentados na Tab. 18.

Tabela 18 – Análise de significância para misturas de alumina com metal duro.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	91,7725	1,0225	89,7531	0,0071	78,7804	104,7646
Tempo	8,4250	2,0450	4,1198	0,1516	-17,5592	34,4092
MatxTemp	5,8650	2,0450	2,8680	0,2136	-20,1192	31,8492

Os resultados mostram que a variável independente, Tempo, tem o efeito de aumentar a densidade relativa em média 8,4% ao passar do nível -1 (6 minutos) para o +1 (12 minutos). Portanto, um maior tempo de exposição na temperatura de sinterização pode permitir uma maior efetividade dos mecanismos de transporte de massa, com aumento de contato entre as partículas, diminuição de poros e crescimento de grão. A variável Material não teve influência significativa na resposta, nem a sua interação com o Tempo.

A comparação de densidade relativa da $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ foi feita com a mistura $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30vol\%WC-Co}$, pois apresentou maior valor de densidade. Os resultados são apresentados na Tab. 19.

Tabela 19 – Resultados de densidade relativa para $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{+30vol\%WC-Co}$.

Materiais	Tempo [min]	ρ_{rel} [%]
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	6	92,52
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$	6	85,65
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	12	97,18
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$	12	99,94

Estes também foram analisados estatisticamente utilizando nível de significância (α) de 15% e intervalo de confiança (IC) de 95%, e estão apresentados na Tab. 20.

Tabela 20 – Análise de significância para $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{+30vol\%WC-Co}$.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	93,8225	1,0275	91,3114	0,0070	80,7669	106,8781
Tempo	9,4750	2,0550	4,6107	0,1360	-16,6363	35,5863
MatxTemp	4,8150	2,0550	2,3431	0,2568	-21,2963	30,9263

Novamente, a variável independente, Tempo, influenciou significativamente os resultados com efeito de aumentar em média a densidade relativa em 9,5%, aproximadamente, ao passar de 6 para 12 minutos de tempo de patamar térmico. A variável Material e sua interação com o Tempo não apresentaram influência significativa.

A Figura 50 apresenta as micrografias dos materiais que alcançaram maior densidade relativa.

Figura 50 – Micrografias FGM 3 camadas: (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+10v\%WC-Co}$ 12 min; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+30v\%WC-Co}$ 12 min e (c) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ 12 min.

Observa-se nas imagens três camadas, de cima para baixo, a primeira é uma mistura de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com 10% ou 30% de WC-Co ou somente $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; na camada intermediária tem-se uma mistura de cerâmica e metal duro em 50% no volume; finalmente, na terceira ocorre apenas metal-duro. Verifica-se a presença de trincas, indicadas pelas setas, na direção perpendicular a superfície livre da primeira camada até a segunda, além de trincas horizontais (delaminação) na interface entre a camada intermediária e a de metal duro nas três amostras. As manchas pretas e brancas presentes nas micrografias são ilhas de metal duro e alumina, respectivamente, que no momento da mistura dos pós não houve a completa homogeneização. As amostras com 6 minutos de patamar térmico trincaram de forma semelhante.

4.1.3 Sinterização de FGMs com seis camadas no substrato

Analisando os resultados anteriores, conclui-se que as trincas podem estar correlacionadas com tensões residuais térmicas que surgem no resfriamento, por causa da diferença de coeficiente de expansão, condutividade térmica e compatibilidade química entre os materiais. Estas tensões podem exceder o limite de resistência das cerâmicas, causando trincas perpendiculares à superfície livre ou na interface entre as camadas (RAVICHANDRAN, 1995).

Diante disso, se propôs fazer duas estruturas em FGM, uma de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e outra $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ em gradação com WC-Co, formando seis camadas no substrato com fração de volume de alumina de 100-86-72-58-44-30%, a fim de eliminar as trincas de origem térmica. Os resultados de densidade relativa e aspectos microestruturais são mostrados na Tab. 21 e Fig. 51.

Tabela 21 – Resultados de densidade relativa para FGM 6 camadas.

Parâmetros sinterização 70 MPa; 1200°C; 5 min	
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+WC-Co}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC+WC-Co}$
86,41%	95,89%

Figura 51 – Micrografias FGM 6 camadas: (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$.

Pelas micrografias notam-se as seis camadas propostas no substrato da possível ferramenta de corte. Trincas perpendiculares à superfície livre das amostras foram observadas restritas às regiões laterais (de quina). Porém, trincas horizontais entre as camadas (delaminação), devido à diferença de tensões de tração e compressão, não foram verificadas, o que indica ligações atômicas suficientemente fortes entre os constituintes da interface. As manchas brancas e pretas presentes nas microestruturas são aglomerados de alumina e metal duro, respectivamente, em que não houve completa homogeneização durante a mistura dos pós.

Com base em pesquisas na literatura, foi encontrado um modelo unidimensional de tensões residuais térmicas para FGMs descrito por Ravichandran (1995). O modelo é derivado do equilíbrio termo-elástico, por isso leva em conta o coeficiente de expansão térmica e o módulo de elasticidade, ambos variando com a fração de volume dos materiais constituintes ao longo da espessura da amostra. Este modelo foi detalhado no item 3.2.1 do Procedimento Experimental – Testes.

A partir da análise do modelo para o primeiro conjunto de FGMs com seis camadas, buscou-se fazer algumas modificações nesta estrutura para conceber um segundo conjunto de amostras. A primeira alteração foi aperfeiçoar o procedimento de mistura dos pós, que

continuou a ocorrer em meio líquido, porém com presença de material de moagem, com posterior secagem e desaglomeração. Também foi feita uma alteração na fração de volume do substrato para 100-86-79-72-58-44%, a fim de corrigir tensões residuais. Finalmente, as amostras foram sinterizadas com temperatura um pouco mais elevada para alcançar maior densidade relativa.

Ao analisar a Fig. 52 que se refere às tensões residuais estimadas para os dois conjuntos testados, observa-se que as trincas presentes nas amostras do primeiro conjunto podem ter ocorrido, realmente, devido a uma tensão residual de origem térmica com reflexo, principalmente, na camada com 100% de alumina, pois os valores de tensão calculados foram maiores do que os de resistência à flexão encontrados na literatura. Pastor e outros (2001) obtiveram valor de 1,13 GPa para Al_2O_3 -30vol% ZrO_2 (3,5mol% Y_2O_3). Deng e outros (2005) registraram 0,80 GPa para Al_2O_3 -TiC em mistura de 50% no volume. No entanto, as amostras do segundo conjunto apresentaram um nível de tensão abaixo do limite de resistência.

Figura 52 – Tensão residual térmica: 1º Conjunto (a) e (b); 2º Conjunto-corrigido (c) e (d).

A Tabela 22 apresenta os resultados de densidade relativa para o segundo conjunto de FGM, com indicação dos parâmetros de sinterização. Observa-se maior densidade relativa para este conjunto de amostras em relação ao anterior, provavelmente, devido ao emprego de maior temperatura de sinterização (maior nível energético), o que beneficia os eventos de transporte de massa para a eliminação de porosidade entre os grãos.

Tabela 22 – Resultados de densidade relativa para FGM 6 camadas modificado.

Parâmetros sinterização 70 MPa; 1300°C; 5 min	
Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ +WC-Co	Al ₂ O ₃ -TiC+WC-Co
100%	99,65%

Os resultados das microestruturas são mostrados na Fig. 53.

Figura 53 – Micrografias FGM 6 camadas com modificações: (a) Al₂O₃-ZrO₂ e (b) Al₂O₃-TiC.

Pela figura observa-se uma melhor homogeneização entre os constituintes dos pós, devido à utilização de material de moagem e ao prolongamento do tempo de mistura. Trincas perpendiculares não foram notadas neste conjunto, provavelmente, por causa da inserção de uma camada intermediária com fração de volume de 79% de alumina e eliminação daquela de 30%.

Como as características do último conjunto de amostras se apresentaram superiores, buscou-se explorar a interface entre a primeira e a segunda camada, sendo estas as mais importantes, pois estarão submetidas aos esforços de usinagem de uma possível ferramenta de corte. A partir da observação do mapeamento químico por EDS da microestrutura, Fig. 54 (a), se faz a hipótese que a união entre as camadas em gradação funcional deva respeitar a continuidade que os elementos principais de uma camada se apresentem na outra, de forma que ambas se mostrem engastadas. Assim, a integridade da interface se deve ao equilíbrio entre os constituintes, que reflete no equilíbrio de tensões residuais térmicas, e às ligações estabelecidas entre os elementos distintos, Fig. 54 (b), deverão ocorrer em nível atômico, principalmente, pelo mecanismo de difusão no contorno de grão, região aberta e propícia a isso, como cita Kang (2005), estabelecendo, então, um suposto contato coesivo entre as partículas.

Figura 54 – Interface: (a) Mapa de elementos químicos do FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2/\text{WC-Co}$, 1 e 2ª camada; (b) Estabelecimento de ligações no contorno de grão (adaptado de GERMAN, 1996).

4.1.4 Ensaio mecânico preliminar

A caracterização mecânica foi realizada por meio de ensaio de flexão em três pontos de amostras de cerâmicas homogêneas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e FGMs de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ com a mesma fração de volume do segundo conjunto. É importante citar que as amostras foram ensaiadas como fabricadas, ou seja, sem retificação das faces, e naquelas de FGM, a primeira camada (100% cerâmica) foi posicionada para sofrer compressão, enquanto a última, mais rica em WC-Co, a tração. O resultado do ensaio é mostrado na Fig. 55.

Figura 55 – Resultado preliminar do ensaio de flexão em três pontos.

O resultado da figura indica um aumento médio de 50% e 137% na resistência à flexão dos FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, em relação às suas, respectivas, cerâmicas homogêneas. Comparando os materiais em gradação, o FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ superou o de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ em 24%.

Ao se comparar os resultados obtidos com os da literatura (Deng et al., 2005 e Pastor et al., 2001), principalmente, quando se analisa cerâmicas homogêneas, se observa que os encontrados na literatura são superiores, isso pode ser explicado, devido à contaminação de C, como citam Xu et al. (2001) e Cutler e Hurford (1988), por parte da folha de grafite e do molde em contato com os pós durante a sinterização por SPS. Cutler e Hurford (1988) citam valores de resistência à flexão para $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-30vol\%TiC}$ de 488 ± 51 MPa, dependendo do teor de carbono. Ainda se encontra na literatura valores de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-15vol\%ZrO}_2$ variando entre $621,35\pm71,91$ a $791,58\pm33,42$ MPa (Liu et al., 2002). Outro motivo pode ser a não preparação das faces das amostras por retificação ou a menor pressão uniaxial utilizada na fabricação por SPS dos CPs, devido à resistência do molde/geometria, 50 MPa, 1300°C e 5 minutos. Como consequência, se tem menor densidade, e por isso maior porosidade e piores propriedades.

4.1.5 Teste de usinagem preliminar

O resultado de força de corte do teste de usinagem preliminar, executado em um torno convencional, comparando insertos de FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ de seis camadas, com fração de volume do segundo conjunto, com um de metal duro P30/40, no cilindramento de um aço inoxidável martensítico (VSM 13), nas condições de $v_c = 100$ m/min, $f = 0,205$ mm/min e $a_p = 2$ mm, é mostrado na Fig. 56.

Figura 56 – Comparação de forças de corte entre FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e P30/40.

Embora, as geometrias dos suportes de ferramenta fossem diferentes, os valores de força de corte foram muito semelhantes, ou seja, não houve influência da geometria no parâmetro de saída avaliado. Este resultado é coerente, uma vez que, os materiais de ferramenta de corte tiveram que vencer a mesma resistência mecânica para usinar o VSM 13.

Quanto à resistência ao corte, as ferramentas em FGM suportaram os esforços durante um percurso de avanço (L_f) de 10 mm, sem que houvesse falha catastrófica, mostrando adequação de tenacidade do inserto, uma vez que, os testes foram executados fora dos padrões convencionais de usinagem, ou seja, utilizando ferramentas cerâmicas em torno convencional, que em geral possui folgas e não é rígido o suficiente para este tipo de inserto. Além disso, o material de trabalho foi um aço inoxidável, embora martensítico é ainda muito dúctil. Machado e outros (2011) citam que ferramentas cerâmicas são indicadas para materiais endurecidos.

4.2 RESULTADOS DOS TESTES

Este é um dos itens mais importantes da tese, pois contempla resultados e discussões que abrangem desde a caracterização do pó e do sinterizado até a usinabilidade dos insertos de FGM fabricados.

4.2.1 Caracterização dos pós

A Tabela 23 apresenta a análise química por espectrometria de fluorescência de raios-X (FRX) dos elementos presentes nos pós de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co.

Tabela 23 – Análise química de elementos, valores expressos em % de óxidos.

Elementos	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	WC-Co
Al_2O_3	66,7	64,7	—
SiO_2	0,04	0,07	—
P_2O_5	—	0,05	—
SO_3	0,01	—	—
Cl	0,07	0,08	—
CaO	—	0,07	0,05
TiO_2	33,0	0,03	—
Cr_2O_3	—	—	0,19
Fe_2O_3	0,03	0,03	0,05
Co_3O_4	0,05	0,03	8,74
NiO	0,01	—	—
Ga_2O_3	—	—	0,07
Y_2O_3	—	1,13	—
ZrO_2	—	32,2	—
HfO_2	—	0,66	—
WO_3	0,12	0,12	90,9

Os valores da tabela indicam coerência com as frações de volume misturadas/preparadas de 30% de TiC e ZrO_2 nas suas respectivas aluminas. Também se nota a presença de outros elementos químicos, inclusive traços de contaminação dos elementos de moagem de metal duro (WC-Co). No que se refere ao pó de WC-Co sua composição é similar àquela apresentada no catálogo do fabricante, variando 2% para mais no teor de Co e para menos no teor WC.

A Figura 57 ilustra a morfologia do pós e o mapeamento químico dos mesmos. Por ela nota-se aglomerados de partículas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ menores do que os de WC-Co, em conformidade com os tamanhos de partículas informados nas fichas técnicas dos pós.

Figura 57 – Morfologia e mapeamento químico. (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (c) WC-Co .

A Figura 58 ilustra o difratograma de raios-X (DRX) dos pós em estudo. Caracterizar as fases presentes nos pós de partida é importante para posteriormente compará-las com as dos produtos sinterizados. O espectro do pó de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ foi similar aos encontrados por Deng et al. (2005) e Zhang et al. (2006). No pó de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ as posições dos picos (2θ) de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ e $t\text{-ZrO}_2$ coincidiram com as de Meng et al. (2012), todavia picos de zircônia monoclinica ($m\text{-ZrO}_2$) também foram detectados, o que está de acordo com a informação prestada pelo fabricante, em que a maior parte da zircônia é formada pela fase tetragonal ($t\text{-ZrO}_2$), e isso fica evidente quando se avalia a intensidade desses picos em relação à fase monoclinica. Finalmente, o padrão de DRX para o WC-Co foi análogo ao de Shi et al. (2005).

Figura 58 – DRX pós de partida (radiação Cu $\text{K}\alpha$, 45 kV/40 mA, passo de 0,02°, tempo de 50 min).
(a) Al_2O_3 -TiC; (b) Al_2O_3 - ZrO_2 e (c) WC-Co.

4.2.2 Caracterização do sinterizado

A caracterização do sinterizado baseia-se, primeiramente, na análise da densidade relativa, e segue um planejamento experimental 2^3 , cujo objetivo é verificar se existe diferença significativa entre os FGMs (Material) e para dois parâmetros da máquina de SPS (Temperatura e Pressão) na qualidade do produto sinterizado em gradação funcional. A Tabela 24 apresenta os resultados de densidade relativa para o planejamento proposto.

Tabela 24 – Resultados de densidade relativa para o planejamento 2^3 .

Testes	Material	Temperatura	Pressão	Dens. Relativa [%]
1	-1 (AlTiC)	-1 (1200°C)	-1 (50 MPa)	96,79
2	1 (AlZr)	-1 (1200°C)	-1 (50 MPa)	89,64
3	-1 (AlTiC)	1 (1350°C)	-1 (50 MPa)	98,99
4	1 (AlZr)	1 (1350°C)	-1 (50 MPa)	100,00
5	-1 (AlTiC)	-1 (1200°C)	1 (80 MPa)	97,53
6	1 (AlZr)	-1 (1200°C)	1 (80 MPa)	90,63
7	-1 (AlTiC)	1 (1350°C)	1 (80 MPa)	98,47
8	1 (AlZr)	1 (1350°C)	1 (80 MPa)	99,28

Os resultados foram analisados estatisticamente com nível de significância (α) de 5% e intervalo de confiança (IC) de 95%, e estão apresentados na Tab. 25.

Tabela 25 – Análise de significância do planejamento 2³ – Sinterização/densidade.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	96,4163	0,0562	1714,0667	0,0004	95,7015	97,1310
(1) Material	-3,0575	0,1125	-27,1778	0,0234	-4,4869	-1,6281
(2) Temperatura	5,5375	0,1125	49,2222	0,0129	4,1081	6,9669
(3) Pressão	0,1225	0,1125	1,0889	0,4729	-1,3069	1,5519
(1)x(2)	3,9675	0,1125	35,2667	0,0180	2,5381	5,3969
(1)x(3)	0,0125	0,1125	0,1111	0,9296	-1,4169	1,4419
(2)x(3)	-0,7425	0,1125	-6,6000	0,0957	-2,1719	0,6869

Pela tabela observa-se que a variável principal Temperatura influenciou significativamente a resposta, de modo que ao passar do nível (-1) para o (+1), ou seja, de 1200 para 1350°C, os valores de densidade aumentaram em média 5,54%. A variável Material também apresentou significância e o efeito foi de diminuir em média 3,06% a densidade ao analisar as amostras de FGM AlTiC em relação as de AlZr. No entanto, como houve interação entre essas variáveis, a inferência estatística não pode ser feita de maneira isolada. Assim, o efeito pode ser dado pela metade da diferença entre o efeito médio dos materiais com a temperatura a 1350°C e o efeito médio dos materiais com a temperatura a 1200°C, de forma que se tem um aumento em média na densidade de 3,97% ao analisar os efeitos médios dos materiais no nível (-1) para o (+1) de temperatura. Também é importante citar que a variável Pressão não teve influência significativa nos resultados. A Figura 59 ilustra a influência da variação da Temperatura e Material sobre a densidade relativa.

Figura 59 – Influência das variáveis Temperatura e Material sobre a densidade relativa.

Pela figura nota-se a influência da temperatura sobre a densidade, principalmente, do FGM AlZr. Igualmente se observa a diferença entre os materiais, sobretudo, a 1200°C, todavia ela diminui quando a temperatura se eleva a 1350°C.

Apesar da literatura informar, corretamente, que o aumento da pressão de contato entre as partículas do pó beneficie a taxa de sinterização, esse aumento não é indefinido e depende dos materiais em processamento. No caso da sinterização por *spark plasma*, a pressão é um parâmetro crítico, porque em geral se usa moldes e punções de grafite, que permitem somente pressões moderadas, devido à sua resistência mecânica limitada. Além disso, na interface de contato entre os pós e o grafite, faz-se uso de folha de grafite para facilitar a extração do sinterizado. A folha é um material delicado, por isso durante a montagem do molde para o tratamento térmico, o ajuste entre as partes não pode ser muito estreito, sob o risco de rasgá-la e permitir aderência do conjunto com subsequente perda do mesmo. Todavia, pressão+folga pode levar à formação de rebarbas, principalmente, quando há formação de fase líquida durante a sinterização. A Figura 60 mostra a influência da pressão e da folga entre molde e punções na formação de rebarbas nos sinterizados de FGM.

Figura 60 – Rebarba em sinterizados a 1350°C e 80 MPa.

Essas rebarbas podem ser um problema grave de produção, em materiais cerâmicos podem causar lascamento, defeitos microestruturais devido ao fluxo de material para a região de folga, como porosidade, ou aumentar muito o tempo gasto de retificação/rebarbação. Em média as rebarbas tinham 0,5 mm de espessura e 3,7 mm de altura.

Finalmente, os resultados obtidos de densidade estão muito próximos daquilo que se encontra na literatura, todavia dispersão ocorre devido a variações nos parâmetros que envolvem a operação de sinterização, que abrange desde as características do pó até as condições de máquina. Zhou e outros (2004) sinterizaram α -Al₂O₃ com tamanho de partícula de 0,15 μ m fazendo uso da técnica de SPS, com pressão uniaxial de 47 MPa, temperatura de trabalho 1300°C, modelo de pulso elétrico 36:6 e com 0 min de patamar térmico. Obtiveram densidade relativa de aproximadamente 99,5%. Trombini e outros (2007)

sinterizaram em SPS Al_2O_3 -5vol% ZrO_2 , com tamanho de partícula de 0,2 μm , a 50 MPa e a temperatura de 1250 e 1300°C. Seus resultados mostraram densidade relativa de 85,6 e 99,5%, respectivamente. Chinelatto e Tomasi (2009) também processaram alumina, porém fazendo uso da técnica de prensagem isostática a quente (HIP) a 80 MPa. Embora, não haja citação de tamanho de partícula, seus resultados de densidade relativa processadas em vácuo foram de aproximadamente 80% a 1200°C e 95% a 1300°C. Santanach e outros (2011) trabalharam com α -alumina em SPS, com tamanho médio de partícula de 0,2 μm , pressão de 100 MPa, modelo de pulso elétrico 12:2, tempo de patamar de 5 min e temperatura de tratamento de 1200 e 1300°C. Seus resultados mostraram, respectivamente, densidade relativa de 98,5% e 99,2%. Embora, os resultados discutidos sejam basicamente de alumina, a experiência tem mostrado (BERTOLETE et al., 2011) que entre 1000 e 1200°C, em um intervalo de pressão uniaxial de 45 a 70 MPa em SPS, ocorre a presença de fase líquida no metal duro, devido ao cobalto como elemento ligante. Portanto, se admite que para as condições testadas o metal duro alcançou a completa densificação.

Após caracterização da propriedade física, densidade, torna-se necessário a observação das microestruturas dos FGMs sinterizados. A Figura 61 apresenta as oito camadas propostas ao longo do substrato da peça.

Figura 61 – Microscopia óptica dos FGMs com oito camadas no substrato: (a) FGM AlTiC; (b) FGM AlZr.

Nota-se a ausência de trincas perpendiculares ou horizontais (delaminação) entre as camadas, devido à diferença de tensões de tração e compressão. Isso indica que as ligações entre as partículas dos diferentes materiais são mais fortes do que as tensões residuais. Além disso, em nenhuma condição de sinterização foi verificado trincas nas estruturas. A Figura 62 ilustra a estimativa da tensão residual no centro de cada camada dos FGMs em comparação com a resistência à flexão encontrada na literatura. Deng e outros (2005) registraram 0,80 GPa para Al_2O_3 -TiC em mistura de 50% no volume. Pastor e outros

(2001) obtiveram valor de 1,13 GPa para $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}30\text{vol}\%\text{ZrO}_2(3,5\text{mol}\%\text{Y}_2\text{O}_3)$. Os valores estimados foram de 0,52 e 0,58 GPa para a primeira camada dos FGMs AlTiC e AlZr, respectivamente, e estão posicionados abaixo dos limites de resistência referenciados.

Figura 62 – Estimativa de tensão residual térmica: (a) FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$.

A partir da análise química por EDS, mostrada na Fig. 63, tem-se a evidência da variação da fração de volume dos principais constituintes de cada FGM ao longo das camadas (Al referindo-se a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ou $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e W ao WC-Co).

Figura 63 – Análise química destaca a variação da fração de volume nas camadas dos FGMs: (a) FGM AlTiC; (b) FGM AlZr.

Pela espectrometria observa-se para a primeira camada uma intensidade energética muito grande de Al (alumina), em oposição ao W (WC-Co), isto é coerente, uma vez que a camada tem 100vol% de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ ou ZrO_2 . Ao analisar as próximas camadas nota-se uma diminuição gradual de alumina e um aumento do metal duro.

Como as duas primeiras camadas são as mais importantes, pois estarão submetidas aos esforços de usinagem de uma possível ferramenta de corte, buscou-se caracterizar melhor essa microestrutura/interface. A Figura 64 mostra micrografias dos Testes 1, 2, 7 e 8, a fim de contrastar as microestruturas dos resultados de menor e maior densidade.

Figura 64 – Micrografias da 1 e 2ª camadas:

- (a) Teste 1 FGM AlTiC (1200°C e 50 MPa); (b) Teste 2 FGM AlZr (1200°C e 50 MPa);
(c) Teste 7 FGM AlTiC (1350°C e 80 MPa); (d) Teste 8 FGM AlZr (1350°C e 80 MPa).

Pela figura observa-se que a 1200°C e 50 MPa a estrutura de AlZr está mais porosa do que a de AlTiC, isto indica que a primeira precisa de mais energia térmica do que a

segunda para uma completa densificação. Ao analisar as microestruturas a 1350°C e 80 MPa nota-se que elas estão mais fechadas do que as dos Testes 1 e 2. Algumas indicações de porosidade foram feitas com setas. As micrografias ratificam as informações da análise estatística de densidade, na qual mostrou diferença entre os materiais e de temperatura.

Com base nos resultados estatísticos ficou definido que a melhor condição de sinterização, no que se refere à Temperatura, foi no nível (+1), ou seja, a 1350°C. Como a variável Pressão não apresentou influência significativa, optou-se fabricar os inserts de usinagem também com pressão no nível (+1), 80 MPa.

4.2.2.1 Etapa de sinterização

A máquina de sinterização por SPS utilizada é equipada com vários instrumentos de medição, tais como, pirômetro, célula de carga, sensor de deslocamento, amperímetro. Estas variáveis de saída foram usadas para descrever a operação de sinterização dos materiais em gradação funcional na condição de 80 MPa, 1350°C e tempo de patamar de 6 minutos.

A Figura 65 mostra os resultados do monitoramento para os FGMs de AlTiC e AlZr. Por ela é possível identificar, através das curvas de taxa de deslocamento e deslocamento, que nos primeiros 6 minutos existe um grande deslocamento mecânico dos pós (Pico 1), devido à aplicação de pressão uniaxial pelos punções de grafite até o valor de 80 MPa, que causa o primeiro rearranjo de partículas com aumento de contato entre si. A temperatura é medida por um pirômetro que só é sensível a valores acima de 570°C, quando a máquina de SPS procura elevar a temperatura no ciclo térmico em função do tempo, uma forte descarga elétrica com tensão proporcional é aplicada aos pós e um segundo pico (2) pode ser notado na curva de taxa de deslocamento, temperatura, corrente e um leve aumento no deslocamento. Isto pode ser um indicativo de centelhamento (*spark*) causando um adicional rearranjo de partículas como observa Tokita (2000) e Santanach et al. (2011), uma vez que a pressão já estava estabilizada em 80 MPa. Na sequência verifica-se uma nova descarga de corrente elétrica e a formação de um novo pico (3), um pouco mais destacado para o FGM AlZr do que para o FGM AlTiC. Enfim, um quarto grande pico (4) pode ser notado nas curvas de taxa de deslocamento e deslocamento, com marcada contração do material. Este ponto caracteriza uma acelerada formação e crescimento de pescoço entre as partículas o que identifica o estágio de densificação por meio de mecanismos de difusão, inclusive com formação de fase líquida no metal duro, conforme citam Reed (1995), German (1996), Upadhyaya (2002), Rahaman (2008). Todavia, a contração parece ser mais intensa no material com Al₂O₃-ZrO₂ do que no Al₂O₃-TiC, o que sugere que o primeiro é mais sensível

aos efeitos térmicos nas condições em análise. É interessante citar que ao sinterizar os materiais homogêneos em condições semelhantes à descrita, os picos de sinterização ocorreram no mesmo intervalo de tempo e temperatura do pico (4), o que indica que o tratamento térmico das aluminas e do metal duro acontece mais ou menos ao mesmo tempo, além disso, ao comparar as duas aluminas, o pico de sinterização também foi mais intenso para a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. Em continuidade a sucessão dos fatos, na temperatura de patamar térmico, 1350°C , verifica-se uma súbita expansão nas curvas de deslocamento e taxa de deslocamento, indicadas com seta. A literatura (German, 1996; Rahaman, 2008) cita expansão (*swelling*) na sinterização com fase líquida e no estado sólido. Na primeira, ocorre quando um transiente líquido se dissolve no sólido promovendo o fenômeno, porém, no sistema em questão, a fase líquida comumente referenciada é do metal duro e esta é persistente. No caso das aluminas com seus respectivos aditivos, a bibliografia não prevê sinterização com formação de fase líquida. No estado sólido a expansão deve-se a difusão de aditivos na matriz deixando para traz poros, no entanto, foi nestas condições em que se obtiveram os maiores níveis de densidade. Embora, não se tenha encontrado uma explicação plausível, acredita-se que a expansão possa envolver um período de rearranjo de partículas – solução-reprecitação – densificação estado-sólido, com consequente de crescimento de grão e densificação. Estudos posteriores deverão considerar a técnica de sinterização utilizada (SPS), a possibilidade de formação de plasma e até fase líquida de outros constituintes para a explicação do fenômeno. Em tratamentos com temperaturas inferiores constatou-se que a expansão diminuiu ou deixou de existir, com consequente diminuição de densidade. Os deslocamentos expansivos medidos foram de 0,147 e 0,135 mm, respectivamente, para os FGMs de AlTiC e AlZr . Finalmente, o ciclo térmico termina com o aumento do deslocamento (contração), devido à diminuição da temperatura, chegando a um máximo de 10,69 e 11,99 mm para os FGMs AlTiC e AlZr . Enquanto, o ciclo de carregamento acaba com uma expansão que deve ser desconsiderada, uma vez que tem influência do alívio hidráulico do punção da máquina.

Como a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ se mostrou menos suscetível a densificação a baixas temperaturas do que a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, procurou-se buscar evidências microestruturais de possíveis sinais de sinterização por SPS nas temperaturas de 620 , 920 e 1350°C , respectivamente picos 2, 3 e 4. Observando a Fig. 66 nota-se que a 620°C existe tendência de formação de pescoço entre as partículas de alumina, a 920°C essa disposição se mantém e a 1350°C , quando os mecanismos de transporte de massa evidenciados pela contração (pico 4) são mais intensos, tem-se o corpo denso.

Ao analisar o difratograma de raios-X (DRX), ver Fig. 67, dos sinterizados homogêneos tratados termicamente nas mesmas condições de pressão e temperatura, com exceção para o metal duro que foi processado a 1100°C devido a sua fase líquida sob risco de perda do molde, e ao compará-los com os DRXs do pós, observou-se que a intensidade dos picos nos sinterizados foi menor, não houve mudança de fase na estrutura cristalina da $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, na $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ a fase monoclinica ($m\text{-ZrO}_2$) praticamente desapareceu ou se confundiu com a dispersão do ruído, devido a sua metaestabilidade, e para o WC-Co foi notada uma suave presença de fase η , provavelmente, $\text{Co}_6\text{W}_6\text{C}$, porém bem menos intensa do que as observadas por Shi et al. (2005). Esta fase (W_2C , $\text{Co}_3\text{W}_3\text{C}$ e $\text{Co}_6\text{W}_6\text{C}$) tem a tendência de afetar as propriedades mecânicas do material. Extrapolando essa análise para os FGMs produzidos, pode se esperar uma estrutura cristalina sem grandes alterações, também se pôde apreender que a aplicação da pressão uniaxial não foi capaz de realçar a fase monoclinica da zircônia, que causa um grande aumento no volume do material e que pode fragilizá-lo em uma posterior solicitação.

Figura 65 – Monitoramento da sinterização por SPS. (a) FGM AITiC; (b) FGM AlZr.
DM - Deslocamento por ação Mecânica.

Figura 66 – Evolução da sinterização da $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. (a) A 620°C tendência de formar pescoço; (b) A 920°C mesma disposição e (c) A 1350°C denso, o tom de cor clara refere-se a ZrO_2 .

Figura 67 – DRX dos sinterizados (radiação $\text{Cu K}\alpha$, 45 kV/40 mA, passo de 0,02°, tempo de 50 min). (a) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$; (b) $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e (c) WC-Co.

4.2.3 Ensaios mecânicos

Este item apresenta os resultados dos ensaios mecânicos de flexão em três pontos, dureza e tenacidade à fratura.

Os ensaios de flexão foram executados em amostras homogêneas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, nos FGMs, além das de WC-Co. Cada material compõe um tratamento para a análise de variância *one way*. Os resultados estão apresentados na Tab. 26, em função da resistência à flexão.

Tabela 26 – Resultados de resistência à flexão em MPa.

	Tratamentos				
	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$	$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	FGM AlTiC	FGM AlZr	WC-Co
	275,93	418,79	608,10	663,68	1667,22
	260,92	389,80	694,03	787,85	1428,15
	287,29	398,94	646,99	754,22	1575,66
	319,22	427,83	640,40	621,79	1437,87
	234,84	480,74	589,47	613,96	1698,89
	337,02	337,07	705,73	799,47	1495,48
Médias	285,87	408,86	647,45	706,83	1550,55
Desv. Padrão	37,57	47,41	45,88	83,80	115,72

A primeira consideração a ser feita na análise dos resultados foi verificar se existia diferença significativa entre os tratamentos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. O metal duro foi excluído da análise, porque o seu resultado médio é muito maior do que os anteriores, assim, se tem maior confiabilidade daquilo que se deseja analisar. O resultado é mostrado na Tab. 27 para um nível de significância (α) de 5%.

Tabela 27 – ANOVA para tratamentos (aluminas e FGMs).

Fatores	S.Q.	GL	Q.M.	Fobs	Percentual
Tratamentos	708466	3	236155	73,875	5E-11
Erro	63934	20	3197		

O quadro ANOVA mostra que existe diferença significativa entre os tratamentos estudados, ou seja, é diferente a resistência à flexão entre os materiais, uma vez que o valor observado está dentro da região de significância de 5% do teste de hipótese, ($F_{\text{obs}} \gg F_{3,20}(5\%) = 3,10$).

Restringindo mais as observações, são apresentadas, na sequência, as análises de variância para AlTiC e FGM AlTiC e AlZr e FGM AlZr para um α de 5%, ver Tab. 28 e 29, respectivamente.

Tabela 28 – ANOVA para tratamentos (AlTiC e FGM AlTiC).

Fatores	S.Q.	GL	Q.M.	Fobs	Percentual
AlTiC e FGM AlTiC	392228	1	392228	223,082	3,64E-08
Erro	17582	10	1758		

Tabela 29 – ANOVA para tratamentos (AlZr e FGM AlZr).

Fatores	S.Q.	GL	Q.M.	Fobs	Percentual
AlZr e FGM AlZr	266352	1	266352	57,4636	1,88E-05
Erro	46351	10	4635		

Os resultados de análise variância mostram que existe diferença real entre as médias dos tratamentos, ou seja, a resistência à flexão entre as aluminas e seus respectivos FGMs são diferentes, Fobs de cada análise $\gg F_{1,10}(5\%) = 4,96$ do teste de hipótese.

Interpretações adicionais incluindo o metal duro, considerando apenas as aluminas ou os FGMs, também foram executadas. Os resultados mostraram diferença significativa para α de 5%, exceto para os FGMs que possuem valores médios de resistência próximos.

A análise dos resíduos mostra que estes estão distribuídos aleatoriamente em torno de zero, o que indica que os valores observados possuem uma distribuição normal e estes estão dispostos de maneira independente, validando a metodologia, ver Fig. 68.

Figura 68 – Dispersão do resíduo.

Cada material com os seus respectivos resultados médios e desvios padrões estão plotados na Fig. 69. Observa-se um aumento médio de 126 e 73%, ao se comparar AlTiC e

AlZr com o seu referente FGM. E os FGMs AlTiC e AlZr alcançaram 42 e 46% do valor de resistência do metal duro para um teor de 35vol%WC-Co na última camada.

Figura 69 – Resultado dos ensaios de flexão em três pontos.

Por fim, ao se comparar os valores de resistência obtidos com os da literatura observa-se alguma discrepância. A bibliografia (XING et al., 1998; CUTLER; HURFORD, 1999; XU et al., 2001; DENG et al., 2005; ZHANG et al., 2006) apresenta dados para a Al_2O_3 -TiC homogênea variando entre 488 e 944 MPa. Para Al_2O_3 -ZrO₂ estes valores estão entre 282 e 1130 MPa (PASTOR et al., 2001; LIU et al., 2002; TUAN et al., 2005; OELGARDT et al., 2010). E para o WC-Co entre 1200 e 2000 MPa (EZUGWU; PASHBY, 1992; SHI et al., 2005; OLIVEIRA et al., 2008). As causas da dispersão envolvem variações nas características dos materiais, como tamanho de partícula e composição química; sofisticação na técnica de preparação dos pós com emprego de aditivos, dispersantes, atmosfera protetiva, misturador de bolas de alta energia; utilização de técnicas de tratamento associadas à solidificação direcionada a altas taxas que aumentam grandemente a resistência à flexão; além de cuidados na preparação dos CPs (retificação) e variações nos métodos de ensaio. Vale lembrar que os CPs foram ensaiados como fabricados, sem serem retificados, e a preparação dos pós foi mais simples do que as dos trabalhos citados. Todavia, o mais importante é destacar o aumento da resistência a partir do uso do gradiente de funcionalidade.

A Tabela 30 apresenta os resultados de dureza e tenacidade à fratura (K_{IC}) das cerâmicas homogêneas e do metal duro. Como esses materiais foram sinterizados em condições análogas às dos FGMs acredita-se que esses dados representem a camada cortante das ferramentas estudadas.

Tabela 30 – Resultados de dureza e tenacidade à fratura.

Al ₂ O ₃ -TiC			Al ₂ O ₃ -ZrO ₂			WC-Co		
Dureza HV5	Dureza [GPa]	K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]	Dureza HV5	Dureza [GPa]	K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]	Dureza HV10	Dureza [GPa]	K _{IC} [MPa.m ^{1/2}]
1412,1 ±100,6	13,8 ±1,0	4,91 ±0,60	1612,9 ±94,1	15,8 ±0,9	5,04 ±0,66	1640,0 ±22,3	16,1 ±0,2	9,12 ±1,00

Quando se compara os resultados de dureza e tenacidade à fratura da Al₂O₃-TiC com os da literatura (EZUGWU; TANG, 1995; XING et al., 1998; CUTLER; HURFORD, 1999; XU et al., 2001; DENG et al., 2005; ZHANG et al., 2006) observa-se que estes deveriam ficar em torno de 20 GPa e 4,5 MPa.m^{1/2}, respectivamente. Nota-se que a dureza, principalmente, ficou abaixo, e inclusive quando comparado com a Al₂O₃-ZrO₂. Como dureza e tenacidade são inversamente proporcionais era esperado que o K_{IC} fosse superior ao da literatura. O mesmo se aplica à Al₂O₃-ZrO₂, cujo os valores de dureza deveriam ficar em torno de 18 GPa e K_{IC} entre 4,3 até 5,96 MPa.m^{1/2} (EZUGWU; TANG, 1995; PASTOR et al., 2001; LIU et al., 2002; MACHADO et al. 2011; MENG et al., 2012). A provável explicação para isso está na etapa de preparação dos pós (mistura), pois os valores de dureza, tenacidade à fratura e resistência à flexão dos CPs obtidos do pó de metal duro, que é comercial, ou seja, foi fornecido pronto para uso, está bem ajustado com os valores da literatura (EZUGWU; PASHBY, 1992; UPADHYAYA, 2001; SHI et al., 2005; OLIVEIRA et al., 2008) de aproximadamente 16 GPa e 9,6 MPa.m^{1/2}.

4.2.4 Ensaios de usinagem

A Figura 70 apresenta as oito ferramentas de usinagem em gradação funcional utilizadas nos testes: quatro de FGM AlTiC e quatro de FGM AlZr. À direita tem-se uma ferramenta cerâmica comercial de Si₃N₄ revestida com Al₂O₃+TiN com a mesma geometria, apenas como referência de forma.

Figura 70 – Ferramentas de corte em FGM. À esquerda tem-se os insertos de FGM AlTiC (preta), à direita as de FGM AlZr (branca) e em amarelo a comercial de Si₃N₄.

Na Figura 71 têm-se os dois tipos de FGMs montados no suporte de ferramenta para torneamento. Nota-se o gradiente ao longo da espessura dos insertos.

Figura 71 – Ferramentas em FGM montadas no suporte CSRNR 2525 M12-4.

Os ensaios de usinagem foram executados a partir de um planeamento experimental 2^3 e os resultados serão apresentados nos itens a seguir em função do desgaste da ferramenta, força corte e rugosidade da superfície.

4.2.4.1 Resultados de desgaste

A Tabela 31 apresenta os resultados de desgaste para as ferramentas em FGM durante o torneamento de cilindrado do ferro fundido cinzento, FC 250, à seco e com a profundidade de corte (a_p) fixa em 2 mm. O critério de vida estabelecido foi o desgaste de flanco médio (VB_B) de 0,3 mm, máximo (VB_{Bmax}) de 0,6 mm, conforme ISO 3685:1993, ou lascamento de 1 mm, acima desse valor considerou-se a falha catastrófica do inserto. O desgaste foi monitorado a cada 30 mm durante um percurso de avanço (L_f) fixo de 360 mm, além disso apenas o flanco da aresta principal de corte foi avaliado estatisticamente.

Tabela 31 – Resultados de desgaste.

Testes	Material	v_c [m/min]	f [mm/volta]	Desgaste [mm]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)	0,779
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)	0,193
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)	0,527
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)	0,124
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)	0,659
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)	0,167
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)	0,560
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)	0,156

A Tabela 32 exibe a análise de significância dos resultados de desgaste para um nível (α) de 5% e intervalo de confiança (IC) de 95%.

Tabela 32 – Análise de significância do planejamento 2^3 – Desgaste.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	0,3956	0,0164	24,1406	1,75E-05	0,3501	0,4411
(1) Material	-0,4713	0,0328	-14,3776	0,0001	-0,5623	-0,3802
(2) v_c	-0,1078	0,0328	-3,2874	0,0303	-0,1988	-0,0167
(1)x(2)	0,0678	0,0328	2,0670	0,1076	-0,0233	0,1588

A análise da tabela mostra que a variável Material da Ferramenta foi a mais significativa, sendo que ao utilizar um inserto FGM AlZr (+1) ao invés do FGM AlTiC (-1) obteve-se uma diminuição do desgaste em média de 0,471 mm. A Velocidade de corte (v_c) também mostrou influência significativa na avaliação do desgaste, de modo que ao passar de (-1) 250 para (+1) 400 m/min o desgaste diminuiu em média 0,108 mm. Nota-se que não houve influência nos resultados da variável Avanço (f), nem interação entre as variáveis principais.

A compreensão desses resultados fica mais clara a partir da Fig. 72. Por ela observa-se a diferença entre os materiais em função das condições de corte, devido à grande distância entre as linhas azul e vermelha. A explicação para essa diferença pode estar relacionada à preparação dos pós e na efetividade dos mecanismos de sinterização. Os pós de Al_2O_3 -TiC se mostraram menos sensíveis a preparação e aos efeitos do tratamento térmico do que os de Al_2O_3 - ZrO_2 . Isso refletiu nos resultados de resistência à flexão, nos quais se esperava maior resistência para os primeiros, na dureza se mostrando inferior à cerâmica branca e agora nos resultados de usinagem. Os resultados de densidade mostraram que a Al_2O_3 - ZrO_2 pode alcançar níveis mais elevados de densificação a 1350°C do que a Al_2O_3 -TiC, o que sugere para este material um favorecimento aos mecanismos de transporte de massa e ao estabelecimento de ligações químicas mais fortes entre os constituintes. A influência de v_c é clara observando a inclinação das curvas ao variar de 250 para 400 m/min, isso se deve ao efeito térmico na interface cavaco-ferramenta em níveis mais elevados de v_c o que facilita o corte (MACHADO et al., 2011).

Figura 72 – Influência das variáveis Material e v_c sobre o desgaste.

A Figura 73 mostra a evolução do desgaste em função do percurso de avanço (L_f) e do seu tempo relativo de corte. Pela figura nota-se que todas as ferramentas de FGM AlZr alcançaram em qualquer condição de corte o percurso de 360 mm estabelecido como teste, cada uma gastando o seu respectivo tempo de usinagem, devido ao avanço e a velocidade de corte/rotação utilizada. Enquanto, as ferramentas de FGM AlTiC falharam catastróficamente por lascamento nas condições de v_c 250 m/min e f 0,1 mm/volta (Teste 1) e v_c 400 m/min e f 0,1 mm/volta (Teste 3), ver Fig. 74. Todavia, alcançaram o objetivo nos Testes 5 e 7 (v_c 250 m/min; f 0,2 mm/volta e v_c 400 m/min; f 0,2 mm/volta). Além disso, também foi plotado a evolução do desgaste para uma ferramenta comercial de Si_3N_4 na condição de nível superior como referência.

Figura 73 – Evolução do desgaste. (a) Percurso de avanço (Lf); (b) Tempo de corte.

Figura 74 – Avaria (lascamento) FGM AlTiC. Testes 1 (a) Superfície de saída; (b) Flanco da aresta principal de corte e Teste 3 (c) Superfície de saída; (d) Flanco da aresta principal de corte.

Pela Figura 74 observa-se a avaria das ferramentas por lascamento ocorrendo na superfície de saída e no flanco da aresta principal de corte, próximo à ponta do inserto. Embora, o avanço não tenha apresentado influência significativa nos resultados é importante citar que os FGMs AlTiC falharam em condição de nível inferior (0,1 mm/volta), quando se tem o carregamento do corte aplicado em uma área mais estreita (a_{pxf}), sabendo que, as arestas dos insertos foram feitas em quina viva.

A seguir são apresentadas e comentadas a evolução do desgaste na melhor condição de corte verificada (v_c 400 m/min e f 0,2 mm/volta), ou seja, naquela em que se conseguiu completar o teste com o menor desgaste para ambas as ferramentas, ver Figs. 75 e 76. Também foi feita uma comparação nas mesmas condições de corte para uma ferramenta comercial de Si_3N_4 , ver Fig. 77.

Figura 75 – Desgaste FGM AlTiC v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm (Teste 7). (a) Sem desgaste; (b) L_f = 30 mm (0,2 min) VB_B 0,404 mm; (c) L_f = 120 mm (0,7 min) VB_B 0,524 mm; (d) L_f = 240 mm (1,4 min) VB_B 0,539 mm; (e) Superfície de saída L_f = 360 mm (2,1 min); (f) L_f = 360 mm (2,1 min) VB_B 0,561 mm.

Figura 76 – Desgaste FGM AlZr v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm (Teste 8). (a) Sem desgaste; (b) L_f = 30 mm (0,2 min) VB_B 0,113 mm; (c) L_f = 120 mm (0,7 min) VB_B 0,135 mm; (d) L_f = 240 mm (1,3 min) VB_B 0,153 mm; (e) Superfície de saída L_f = 360 mm (2,0 min); (f) L_f = 360 mm (2,0 min) VB_B 0,157 mm.

Figura 77 – Desgaste Si_3N_4 v_c 400 m/min; f 0,2 mm/min; a_p 2 mm. (a) $L_f = 30$ mm (0,1 min) VB_B 0,055 mm; (b) $L_f = 240$ mm (1,1 min) VB_B 0,080 mm; (c) Superfície de saída $L_f = 360$ mm; (d) $L_f = 360$ (1,6 min) VB_B 0,109 mm.

Nota-se na Figura 75 que a ferramenta de FGM AlTiC sofre avaria por microlascamentos (*chipping* ou *spalling*) que evolui ao longo do tempo tanto nos flancos como na superfície de saída do inserto. As lascas, provavelmente, são de origem mecânica, uma vez que se tem observado que a camada de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ não mostrou rigidez suficiente, dessa forma trincas superficiais paralelas à aresta de corte surgem levando a perda contínua de material. Resultados semelhantes foram apontados por Xu et al. (2001) torneando aço 1045 com ferramentas de cerâmica mista desenvolvida pelos autores; o mesmo se aplica a Zhao et al. (2002) torneando aço 4Cr14Ni14W2Mo e por Dobrzański e Mikula (2005a) utilizando ferramenta comercial no torneamento de ferro fundido cinzento. Cutler e Hurford (1988); Kim e Lee (1989) mencionam que durante a sinterização a reação de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ forma alguns óxidos metálicos e alguns oxicarbonetos, Zhang et al. (2006) citam que estes óxidos não formam ligações muito fortes nas interfaces e associado com uma granulação grosseira ou má distribuição dos constituintes, grãos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ podem ser arrancados durante a etapa de retificação da peça, para tanto eles citam a necessidade de melhorar a síntese dos pós, de modo a se ter uma estrutura mais homogênea com

reflexo nas propriedades do material, mediante ao adequado tratamento térmico. Nas micrografias de MEV apresentadas na Fig. 78, observa-se aglomerados de TiC que não se dispersaram na matriz de alumina, acredita-se que estes formaram concentradores de tensão que causaram o lascamento, não permitindo, portanto, que o material alcançasse um melhor desempenho mecânico. Finalmente, também se nota desgaste de flanco (abrasivo) na borda lascada da Fig. 75 (c), (d) e (f).

Figura 78 – Aglomerados de TiC (tom escuro), alguns indicados por seta (1350°C, 80 MPa).
(a) FGM AlTiC 1 e 2ª Camadas; (b) 1ª Camada (homogênea).

Na ferramenta de FGM AlZr, Fig. 76, nota-se que o mecanismo de desgaste predominante é o abrasivo. O mesmo foi observado com D'Errico e Calzavarini (1995) que registraram VB_B entre 0,05 e 0,10 mm com ferramentas de Al_2O_3 - ZrO_2 comercial torneando ferro fundido cinzento a 600 m/min, avanço de 0,3 mm/volta e com tempo de corte de 20 s. Ezugwu e Tang (1995) alcançaram VB_{Bmax} de 0,06 e 0,062 mm para geometrias rombóide e redonda torneando o mesmo tipo de material nas condições de 300 e 500 m/min, com tempo de corte de 3 min. Dobrzański e Mikula (2005b) observaram VB de 0,2 mm em 11 min torneando a 200 m/min. Além disso, ainda se observa presença de adesão, Fig. 76 (e) e (f), que com a continuidade do desgaste levaria ao arracamento/arrastamento de material (*attrition*). Este tipo de mecanismo também foi notado no inserto de FGM AlTiC, imagens em MEV Fig. 75 (e) e (f), e inclusive na ferramenta comercial de Si_3N_4 , Fig. 77, em especial detalhe da Fig. 77 (c), que também apresentou desgaste abrasivo semelhante à de Al_2O_3 - ZrO_2 . Os resultados de adesão na superfície de saída das ferramentas são mostrados na Fig. 79.

Figura 79 – Mapeamento químico das ferramentas na condição de corte de nível superior. (a), (c) e (e) Superfície de saída analisada; (b), (d) e (f) Mapeamento.

A partir do mapeamento químico da Fig. 79 observa-se além dos principais elementos químicos correspondentes a cada ferramenta, Al, Ti, Zr, resíduo de Ca da alumina (15 ppm) e a presença de Fe e Mn do ferro fundido cinzento dentro da região lascada do inserto de FGM AlTiC, portanto logo se imagina lascas da ferramenta saindo por adesão (*attrition*) junto com o cavaco em condições propícias de elevada temperatura e pressão (TRENT; WRIGHT, 2000; MACHADO et al., 2011). O mesmo se observa nos insertos de FGM AlZr e na comercial de Si_3N_4 , embora não haja lascamento, o processo abrasivo envolve a adesão de elementos de ferro fundido na superfície de saída e no flanco das ferramentas, com consequente arrancamento de partículas duras, provavelmente da própria ferramenta, e riscamento na direção do fluxo do cavaco. Isso está mais evidente na Fig. 79 (f), na qual riscos paralelos entre si foram notados no chanfro da ferramenta com traço do revestimento de $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{TiN}$, mas também apareceram na Fig. 76 (b) a (f) e na Fig. 77.

4.2.4.2 Resultados de forças de corte

A Tabela 33 apresenta os resultados do planejamento experimental 2^3 para força de corte durante o torneamento do ferro fundido cinzento com ferramentas de FGM. A força foi monitorada a cada passe de 30 mm, então uma média foi tomada para todo o percurso a fim de servir como resposta experimental. Embora, o dinamômetro utilizado registre as três componentes ortogonais, para a análise estatística apenas a Força de corte (F_c) foi considerada, porque a geometria dos insertos não estava idêntica, houve diferença no raio de ponta e na espessura entre as ferramentas de 0,32 mm, aproximadamente, o que implica em variações nas forças de avanço e passiva que pode causar confusão na interpretação dos dados.

Tabela 33 – Resultados de força de corte (F_c).

Testes	Material	v_c [m/min]	f [mm/volta]	F_c [N]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)	466,42
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)	417,62
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)	371,22
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)	327,67
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)	669,99
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)	696,86
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)	688,93
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)	626,81

A Tabela 34 exibe a análise de significância para um α de 10% e IC de 95%.

Tabela 34 – Análise de significância do planejamento 2^3 – Força de corte.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	533,1900	9,9880	53,3830	1,45E-05	501,4037	564,9763
(1) Material	-31,9000	19,9760	-1,5969	0,2086	-95,4726	31,6726
(2) v_c	-59,0650	19,9760	-2,9568	0,0597	-122,6376	4,5076
(3) f	274,9150	19,9760	13,7623	0,0008	211,3424	338,4876
(2)x(3)	33,5100	19,9760	1,6775	0,1920	-30,0626	97,0826

A tabela de significância mostra que a principal variável que influencia na força de corte é o Avanço (f) com o efeito médio de aumentar F_c em quase 275 N, ao passar do nível (-1) 0,1 para o (+1) 0,2 mm/min. A Velocidade de corte (v_c) também apresentou tendência de influenciar os resultados, de modo que ao aumentar v_c em média a F_c diminui 59 N. Por fim, não houve interação entre as variáveis principais.

Os efeitos das variáveis principais podem ser mais bem observados a partir da Fig. 80.

Figura 80 – Influência das variáveis f e v_c sobre a força de corte.

Por ela nota-se o efeito que o avanço tem de aumentar a força de corte para cada material de ferramenta e independente da velocidade de corte usada. Isso está de acordo com a teoria de usinagem, uma vez que ao aumentar f tem-se maior área do plano de cisalhamento primário e secundário, ou seja, maior volume de material se formando sobre a superfície de saída da ferramenta e maior área de contato cavaco-ferramenta, por isso F_c aumenta. No que se refere à velocidade de corte, ao aumentá-la tem-se uma maior geração

de calor nos planos de cisalhamento, que causa a diminuição da resistência do material ao corte, por conseguinte, redução de F_c e, inclusive, do desgaste da ferramenta, ver Fig. 72, (TRENT; WRIGHT, 2000; MACHADO et al., 2011). Uma exceção ocorreu para o FGM AlTiC na condição v_c 400 m/min e f 0,2 mm/min (Teste 7) quando comparado com v_c 250 m/min para o mesmo avanço (Teste 5). Isso aconteceu devido ao desgaste (lasca) na superfície de saída da ferramenta do Teste 8 ter sido maior do que a do Teste 5, portanto influenciou a formação e a movimentação do cavaco sobre a ferramenta, de modo que as F_c para os dois testes ficaram muito próximas.

A evolução da força de corte durante a usinagem do ferro fundido para todos os testes pode ser vista na Fig. 81.

Figura 81 – Evolução de F_c durante a usinagem.

Pela figura nota-se a clara diferença na F_c entre os testes executados com avanço em nível superior e inferior, sendo que os de nível inferior apresentaram menores valores de força. De maneira geral, a F_c diminuiu com o aumento da velocidade de corte. Também se observa que a F_c tem uma ligeira variação durante o percurso de avanço (L_f), sabendo que o desgaste evolui com o mesmo. Ao analisar os Testes 7, 8 e com a ferramenta comercial de Si_3N_4 , nota-se que a última apresentou maior F_c do que as de FGM, inclusive para aquela com grande lascamento na superfície de saída.

Como a força de corte varia suavemente durante a usinagem, a Fig. 82 apresenta as componentes da força de usinagem para os três materiais, FGM AlTiC, AlZr e referência Si_3N_4 , na condição v_c 400 m/min e f 0,2 mm/volta, e no primeiro passe ($L_f = 30$ mm) para minimizar efeitos do desgaste sobre as componentes.

Figura 82 – Forças de corte: Força de corte (Fc); Força de avanço (Ff); Força passiva (Fp).
(a) Teste 7 FGM AlTiC; (b) Teste 8 FGM AlZr; (c) Si₃N₄ referência.

Ao analisar as componentes das forças de usinagem, em geral, se espera Força de corte (F_c) > Força de avanço (F_f) > Força passiva (F_p). Observando os espectros de força para a ferramenta comercial (Si₃N₄) verifica-se elevada F_p , quase que se confundindo com a F_f . Isso pode ser devido ao ângulo de posição da geometria do corte (χ_r) e ao raio de ponta da ferramenta (r_ϵ), ambos de 75° e 1,6 mm. As F_c e F_f para todos os materiais de ferramenta testados também se apresentaram elevadas, novamente a justificativa deve-se a geometria do corte, ângulos de saída (γ_0) e de inclinação (λ_s) negativos são comuns em ferramentas cerâmicas para proteger a cunha cortante; para ambos o valor utilizado foi -6°. No que se refere à ferramenta de FGM AlTiC, verifica-se um “degrau” na curva das três componentes, provavelmente, foi o momento em que houve lascamento da ferramenta com a F_f superando a F_c , devido a restrições de formação e movimentação do cavaco sobre a superfície de saída da ferramenta avariada. Finalmente, para a ferramenta de FGM AlZr a F_f se mostrou tão alta quanto a F_c , como não houve lascamento, a explicação pode ser a mesma que se aplica a F_p , que foi elevada para todas as ferramentas de FGM, devido à imperfeições/limitações de fabricação (retificação), como o raio de ponta, além dos aspectos da geometria do corte.

Enfim, a literatura traz força de corte variando entre 300 e 700 N no torneamento do ferro fundido cinzento, todavia esses valores variam com a geometria do corte e com as condições de operação (SARMA; DIXIT, 2007; SOUZA et al., 2009). Como última consideração, as forças de corte monitoradas mostraram que as ferramentas em FGM

suportaram forças próximas ou até superior a 1000 N, sem haver quebra das mesmas. Naquelas em que houve lascamento, este aconteceu de maneira superficial ao flanco da ferramenta, mas sem levar ao colapso total da ferramenta, que certamente levaria a perda do suporte ou de parte de seus acessórios.

4.2.4.3 Resultados de rugosidade

As Tabelas 35, 36 e 37 apresentam os resultados do planejamento experimental 2³ para os respectivos parâmetros de rugosidade, Ra, Rq e Rt. Os valores de rugosidade analisados para cada teste são uma média do comprimento usinado da barra de ferro fundido cinzento, registrados a cada passe de 30 mm. O comprimento amostral utilizado (*cut-off*) foi 2,5x3 [mm] para Ra>2 µm ou 0,8x5 [mm] para Ra<2 µm, conforme ISO 4288:1986.

Tabela 35 – Resultados de Ra.

Testes	Material	v _c [m/min]	f [mm/volta]	Ra [µm]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)	3,28
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)	3,05
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)	3,68
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)	2,81
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)	6,75
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)	7,79
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)	9,98
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)	4,67

Tabela 36 – Resultados de Rq.

Testes	Material	v _c [m/min]	f [mm/volta]	Rq [µm]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)	3,89
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)	3,55
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)	4,22
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)	3,29
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)	7,96
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)	8,93
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)	12,17
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)	5,93

Tabela 37 – Resultados de Rt.

Testes	Material	v_c [m/min]	f [mm/volta]	Rt [μ m]
1	-1 (AlTiC)	-1 (250)	-1 (0,1)	22,12
2	1 (AlZr)	-1 (250)	-1 (0,1)	16,14
3	-1 (AlTiC)	1 (400)	-1 (0,1)	16,87
4	1 (AlZr)	1 (400)	-1 (0,1)	14,07
5	-1 (AlTiC)	-1 (250)	1 (0,2)	31,14
6	1 (AlZr)	-1 (250)	1 (0,2)	32,63
7	-1 (AlTiC)	1 (400)	1 (0,2)	63,69
8	1 (AlZr)	1 (400)	1 (0,2)	42,32

A literatura cita valores de rugosidade (Ra) no torneamento de ferro fundido cinzento em condições de corte análogas às testadas de 4,50 μ m para ferramentas de Al_2O_3 -ZrO₂ nas geometrias rombóide ($r_\epsilon = 1,2$ mm) e redonda, além de 3,71 e 4,52 μ m para ferramentas de Al_2O_3 -TiC com as mesmas geometrias (EZUGWU; TANG, 1995), e de aproximadamente 2 μ m para ferramentas triangulares de Al_2O_3 -TiC com r_ϵ de 0,8 mm (SARMA; DIXIT, 2007).

As Tabelas 38, 39 e 40 apresentam a análise de significância para os parâmetros Ra, Rq e Rt. Para os dois primeiros o nível de significância (α) utilizado foi de 15% e para o último 10%, o intervalo de confiança (IC) para todos foi de 95%.

Tabela 38 – Análise de significância para Ra.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	5,2513	0,4126	12,7285	0,0010	3,9383	6,5642
(1) Material	-1,3425	0,8251	-1,6270	0,2022	-3,9684	1,2834
(3) f	4,0925	0,8251	4,9599	0,0157	1,4666	6,7184
(1)x(2) v_c	-1,7475	0,8251	-2,1179	0,1244	-4,3734	0,8784
(1)x(3)	-0,7925	0,8251	-0,9605	0,4077	-3,4184	1,8334

Tabela 39 – Análise de significância para Rq.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	6,2425	0,4935	12,6491	0,0011	4,6719	7,8131
(1) Material	-1,6350	0,9870	-1,6565	0,1962	-4,7762	1,5062
(3) f	5,0100	0,9870	5,0759	0,0148	1,8688	8,1512
(1)x(2) v_c	-1,9500	0,9870	-1,9756	0,1427	-5,0912	1,1912
(1)x(3)	-1,0000	0,9870	-1,0131	0,3856	-4,1412	2,1412

Tabela 40 – Análise de significância para Rt.

Fatores	Efeito	Erro Padrão	t	p	IC -95%	IC +95%
Média	29,8725	2,4881	12,0062	0,0012	21,9543	37,7907
(1) Material	-7,1650	4,9762	-1,4399	0,2455	-23,0014	8,6714
(2) v_c	8,7300	4,9762	1,7544	0,1776	-7,1064	24,5664
(3) f	25,1450	4,9762	5,0531	0,0150	9,3086	40,9814
(2)x(3)	12,3900	4,9762	2,4899	0,0885	-3,4464	28,2264

As tabelas de significância indicam que o Avanço foi a principal variável que influenciou nos resultados de rugosidade. Ele causa uma contribuição geométrica de modo que ao aumentá-lo as distâncias entre os picos e vales das marcas de avanço também aumentam, além disso, têm-se maiores forças de corte, devido a maior área de contato cavaco-ferramenta, que podem elevar as vibrações no sistema máquina-peça-ferramenta, gerando rugosidade (DINIZ; MARCONDES E COPPINI, 2000; MACHADO et al., 2011). O efeito no R_a foi de aumentá-lo em média $4,09 \mu\text{m}$, no R_q , mais sensível do que o primeiro, $5,01 \mu\text{m}$ e no R_t , máxima distância entre o pico mais elevado e os vale mais profundo, $25,15 \mu\text{m}$. Também houve interação entre o (1) Material e v_c , para o R_a e R_q , de forma que ao analisar os efeitos médios dos materiais no nível (-1) para o (+1) de v_c tem-se uma diminuição média na rugosidade de $1,75$ e $1,95 \mu\text{m}$, aproximadamente. O aumento da velocidade de corte tem uma tendência de favorecer o corte, devido ao efeito térmico nos planos de cisalhamento de reduzir a resistência do material, por sua vez, as forças de corte, a vibração do sistema e, conseqüentemente, a rugosidade. A interação para o parâmetro R_t , envolveu v_c e f , observe que a variável principal v_c mesmo não sendo significativa, não teve uma tendência de diminuir a rugosidade, como era esperado, isso se deve a influência das avarias nas ferramentas de FGM AlTiC e, provavelmente, à influência do raio de ponta da ferramenta de FGM AlZr usada no Teste 8, que não permitiu notar a diminuição da rugosidade com o aumento de v_c . De qualquer forma, a interação $v_c \times f$ fez com que o efeito da variável avanço diminuísse para $12,39 \mu\text{m}$, em média.

A evolução das rugosidades ao longo do corte é apresentada nas Figs. 83, 84 e 85.

Figura 83 – Evolução de R_a .

Figura 84 – Evolução de R_q . Figura 85 – Evolução de R_t .

Para todas as figuras verifica-se que aumentando o avanço, e mantendo fixo v_c e o Material da ferramenta, as rugosidades aumentaram. Nas Figuras 83 e 84 pode-se verificar também a tendência de v_c diminuir R_a e R_q para a ferramenta de FGM AlZr, ao comparar T02 com T04 e T06 com T08. Essa influência só não foi maior, por causa do efeito do desgaste (lascamento) das ferramentas de FGM AlTiC sobre a rugosidade. Quanto ao parâmetro R_t , Fig. 85, é possível verificar a influência de v_c nos testes (T02 e T04) e sutilmente para (T01 e T03), porém no que se refere aos testes (T06 e T08) e (T05 e T07), problemas relacionados a imperfeições geométricas no raio de ponta e avarias,

provavelmente, impediram a visualização do efeito. Por último, a ferramenta comercial de Si_3N_4 (referência) apresentou valores de rugosidade abaixo dos FGMs, possivelmente, devido a sua melhor qualidade geométrica, porém houve contraste para dois pontos, a causa pode ser material aderido à ferramenta entre o raio de ponta e a aresta secundária.

5 CONCLUSÕES

As principais conclusões feitas ao longo dos Pré-testes e Testes são apresentadas a seguir.

5.1 CONCLUSÕES DOS PRÉ-TESTES

No primeiro estudo dedicado à influência dos parâmetros de sinterização por SPS no WC-Co, verificou-se que a variável de entrada Pressão foi a mais importante, aumentando a resposta, densidade relativa, em média 3% para aqueles níveis experimentais avaliados, sabendo que a temperatura se manteve fixa. Embora, a variável Tempo de patamar não tenha se mostrado significativa, a superfície de resposta traçada indicou que o aumento de ambos os parâmetros induzem ao aumento da densidade.

Na avaliação dos FGMs com três camadas os resultados mostraram que a variável Tempo, teve o efeito de aumentar a densidade relativa em média 8,4% ao passar do nível -1 (6 minutos) para o +1 (12 minutos) para aqueles níveis de significância estudados, enquanto a variável Material não apresentou influência significativa na resposta. Neste experimento as variáveis Temperatura e Pressão não foram variadas. Trincas foram observadas, devido às tensões residuais térmicas, perpendiculares às superfícies livres e horizontais entre as camadas intermediárias e a de metal duro, embora o maior tempo de exposição na temperatura de sinterização tenha permitido uma maior efetividade dos mecanismos de transporte de massa com efeito na densidade.

O modelo de tensão residual utilizado permitiu a fabricação de estruturas de FGM em seis camadas isenta de trincas com a fração de volume de alumina de 100-86-79-72-58-44%. Com isso foram realizados ensaios de resistência à flexão em três pontos com resultados para os FGMs AlZr e AlTiC de 50 e 137% superiores às resistências de suas respectivas cerâmicas homogêneas. Além disso, um teste de usinagem foi executado em torno convencional, utilizando aço inoxidável martensítico como peça de trabalho, na qual os insertos suportaram forças de corte de 1000 N, durante um Lf de 10 mm, sem a ocorrência de falha catastrófica.

5.2 CONCLUSÕES DOS TESTES

As análises de FRX e DRX dos pós de partida permitiram constatar que estes foram misturados nas frações de volume planejadas e que possuíam as fases desejadas para o desenvolvimento do trabalho.

A caracterização do sinterizado que se referiu ao estudo da influência dos parâmetros da máquina de SPS (Temperatura e Pressão) e Material sobre a densidade dos FGMs de AlTiC e AlZr, mostrou que a Temperatura é a variável mais importante, porém os Materiais exibiram um comportamento diferente para os níveis experimentais estudados, de forma que houve interação de ambos com a densidade aumentando em média 3,97% ao elevar a temperatura. A análise utilizando microscopia mostrou que as estruturas produzidas não apresentaram trincas de origem térmica, o que justifica a utilização do modelo de predição de tensões residuais no projeto da gradação funcional. Além disso, as análises de EDS confirmaram o gradiente de oito camadas ao longo da espessura das amostras, a partir das variações de alumina e metal duro. Enquanto, as análises de DRX mostraram que não houve mudança de fase cristalina dos materiais após a sinterização, exceto uma ligeira formação de fase η para o metal duro.

Os ensaios mecânicos mostraram que para o ensaio de flexão em três pontos os FGMs de AlTiC e AlZr superaram a resistência de suas respectivas cerâmicas homogêneas em 126 e 73%, além disso alcançaram um valor de 42 e 46% da resistência do WC-Co. Os resultados de dureza para a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ foram de 13,8 e 15,8 GPa, um pouco inferior aos da literatura. Em oposição, os resultados de K_{IC} 4,91 e 5,04 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ para a $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, respectivamente, foram um pouco superior à média da literatura. A dispersão nos resultados dos ensaios mecânicos para as cerâmicas a base de alumina foi atribuída à etapa de preparação dos pós (mistura), uma vez que os valores de resistência à flexão, dureza e tenacidade à fratura do metal duro, cujo pó é comercializado já misturado, está bem ajustado com os valores da literatura, 1550 MPa, 16,1 GPa e 9,12 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Os resultados dos ensaios de usinagem em ferro fundido cinzento mostraram, no que se refere ao desgaste, que as ferramentas de FGM AlZr foram superiores as de FGM AlTiC. Na primeira, o mecanismo de desgaste predominante foi a abrasão, enquanto na segunda ocorreu avaria por lascamento. Além disso, foi notada adesão de alguns elementos químicos do ferro fundido cinzento sobre a superfície de saída das ferramentas indicando *attrition*. A Velocidade de corte (v_c) também influenciou significativamente o desgaste, de modo que ao aumentá-la o mesmo diminuiu em média 0,108 mm. Os resultados de Força de Corte indicaram que o Avanço (f) foi a principal variável de operação, de modo que ao passar do nível (-1) 0,1 para o (+1) 0,2 mm/min o seu efeito médio foi de aumentar Fc em quase 275 N. Nesse mesmo sentido v_c influenciou nos resultados diminuindo a resposta em

média 59 N. A partir dos parâmetros de rugosidade Ra, Rq e Rt pôde-se observar que a variável de máquina f foi a mais significativa, devido a sua influência geométrica na distância entre picos e vales das marcas de avanço, assim os efeitos foram de aumentar a rugosidade em média 4,09 μm para o Ra, 5,01 μm para o Rq e 25,15 μm para o Rt. Também houve interação entre o Material e v_c , para o Ra e Rq, de forma que ao analisar os efeitos médios dos materiais do nível (-1) para o (+1) de v_c obteve-se uma diminuição média na rugosidade de 1,75 e 1,95 μm . O aumento de v_c tem a tendência de favorecer o corte, por isso a interação $v_c \times f$ no parâmetro Rt fez com que o efeito da variável avanço diminuísse para 12,39 μm , em média. A influência de v_c não foi maior por causa do efeito do desgaste (lascamento) e imperfeições geométricas no raio de ponta das ferramentas.

Finalmente, o objetivo do trabalho foi alcançado, uma vez que se conseguiu fabricar ferramentas em FGM livres de trincas aparentes e capazes de usinar com respostas algumas vezes muito próximas a de uma ferramenta comercial de Si_3N_4 .

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Avaliar procedimentos de mistura dos pós para fabricar FGMs e correlacionar com as propriedades mecânicas;
- Estudar os mecanismos de transporte de massa nos FGMs e as ligações que se estabelecem entre as diferentes fases;
- Estudar as propriedades físicas dos FGMs, como, coeficiente de expansão térmica, dilatação, condutividade e módulo de elasticidade;
- Aperfeiçoar o projeto do gradiente de funcionalidade através dos modelos de tensão residual;
- Avaliar a usinabilidade das ferramentas em FGM no corte interrompido;
- Avaliar a usinabilidade das ferramentas em FGM na usinagem dos metais.

REFERÊNCIAS

ALLIBERT, C.H. Sintering features of cemented Carbides WC-Co processed form fine powders. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 19, p. 53-61, 2001.

ANSTIS, G.R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B.R.; MARSHALL, D.B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, Direct crack measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, 64, n. 9, p. 533-538, 1981.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Properties and Selection: Iron, Steels, and High Performance Alloys**. ASM International, v. 1, 1993. 1618 p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Powder Metal Technologies and Applications**. ASM International, v. 7, 1998. 2762 p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Mechanical Testing and Evaluation**. ASM International, v. 8, 2000. 2235 p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Metallography and Microstructures**. ASM International, v. 9, 2004. 2733 p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Casting**. ASM International, v.15, 1998. 2002 p.

AMERICAN SOCIETY FOR METALS. ASM Handbook. **Machining**. ASM International, v. 16, 1989. 944 p.

ASTAKHOV, V.P. **Tribology of metal cutting**. 1st Edition. Oxford: Elsevier, 2006. 419 p.

ASTHANA R.; KUMAR, A.; DAHOTRE N. **Materials processing and manufacturing science**. Boston: Butterworth-Heinemann, 2006, 656 p.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM International. **ASTM C1161-02c:2008** Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM International. **ASTM C1327-8:2008** Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM International. **ASTM E112-2010** Standard test methods for determining average grain size

ÁVILA, R.F. **Desempenho de ferramentas de metal duro revestidas com TiN, TiCN e TiAlN (PAPVD) no torneamento do aço ABNT 4340 temperado e revenido**. 2003. 186 p. Tese (Doutorado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Metalúrgica e de Minas da Universidade Federal de Minas Gerais, UFMG, Belo Horizonte/MG, 2003.

BARBOSA, P.A. **Furação de ferros fundidos austemperados e nodular perlítico**. 2009. 124 p. Dissertação (Mestrado). Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia/MG, 2009.

BERNS, H.; THEISEN, W. **Ferrous materials**. Berlin: Springer, 2010. 418 p.

BERTOLETE, M.C.; MACHADO, I.F.; RODRIGUES, D. Preliminary development of cutting tools with graded materials, **Proceedings of the 21th International Congress of Mechanical Engineering**, Natal/RN, Brazil, 2011.

BITTERLICH, B.; BITSCH, S.; FRIEDERICH, K. SiAlON based ceramic cutting tools. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, p. 989–994, 2008.

BOX, G.E.P; HUNTER, W.G.; HUNTER, J.S. **Statistics for experiments**. New York: John Wiley & Sons, 1978. 653 p.

CALLISTER, W.D.Jr. **Fundamentals of materials science and engineering**. 5th Edition. New York: John Wiley & Sons, 2001. 524 p.

CHA, S.I.; HONG, S.H.; KIM B.K. Spark plasma sintering behavior of nanocrystalline WC/10Co cemented carbide powders. **Materials Science and Engineering A**, 351, p. 31-38, 2003.

CHILDS, T.; MAEKAWA, K.; OBIKAWA, T.; YAMANE, Y. **Metal machining – Theory applications**. New York: John Wiley & Sons, 2000. 408 p.

CHINELATTO, A.S.A; TOMASI, R. Influence of processing atmosphere on the microstructural evolution of submicron alumina powder during sintering. **Ceramics International**, 35, p. 2915-2920, 2009.

CUTLER, R.R.; HURFORD, A.C. Pressureless-sintered Al₂O₃-TiC composites, **Materials Science Engineering**, A105/106, p. 183-192, 1988.

D'ERRICO, G.E.; CALVAZARINI, R. Advanced ceramic tools: an experimental assessment in turning tests. **Journal of Materials Processing Technology**, 54, p. 34-39, 1995.

DEARNLEY, P.A.; TRENT, E.M. Wear mechanisms of coated carbide tools. **Metals Technology**, v. 9, n. 2, p. 60-75, 1982.

DENG, J.; CAN, T.; SUN, J. Microstructure and mechanical properties of hot-pressed Al₂O₃/TiC ceramic composites with the additions of solid lubricants. **Ceramics International**, 31, p. 249-256, 2005.

DINIZ, A; MARCONDES, F.; COPPINI, N. **Tecnologia da usinagem dos materiais**. 2ed. São Paulo: Editora Artliber, 2000. 256 p.

DIETER, G.E. **Mechanical metallurgy**. London: McGraw-Hill Book Company, 1988. 751 p.

DOBRZAŃSKI, L.A.; MIKUŁA, J. Structure and properties of PVD and CVD coated Al₂O₃ + TiC mixed oxide tool ceramics for dry on high speed cutting processes. **Journal of Materials Processing Technology**, 164-165, p. 822-831, 2005a.

DOBRZAŃSKI, L.A.; MIKUŁA, J. The structure and functional properties of PVD and CVD coated Al₂O₃ + ZrO₂ oxide tool ceramics. **Journal of Materials Processing Technology**, 167, p. 438-446, 2005b.

ESO, O.; FANG, Z.; GRIFFO, A. Liquid phase sintering of functionally graded WC-Co composites. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 23, p. 233-241, 2005.

EZUGWU, E.O.; PASHBY, I.R. High speed milling of nickel-based superalloys. **Journal of Materials Processing Technology**, 33, p. 429-437, 1992.

EZUGWU, E.O.; TANG, S.H. Surface abuse when machining cast iron (G-17) and nickel-base superalloy (Inconel 718) with ceramic tools. **Journal of Materials Processing Technology**, 55, p. 63-69, 1995.

EZUGWU, E.O.; WALLBANK, J. Manufacture and properties of ceramic cutting tools: A review. **Material Science and Technology**, v. 3, p. 881-887, 1987.

FAN, N.; AI, X.; ZHAO, J. Stress field analyses of functionally gradient ceramic tool by FEM, **Journal of Materials Science Technology**, v. 17, n. 4, p. 466-468, 2001.

FERRARESI, D. **Fundamentos da usinagem dos metais**. 3ªed. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2011. 751 p.

FOX-RABINOVICH, G.S.; YAMAMOTO, K.; AGUIRRE, M.H.; CAHILL, D.G.; VELDHUIS, S.C.; BIKSA, A.; DOSBAEVA, G.; SHUSTER, L.S. Multi-functional nano-multilayered AlTiN/Cu PVD coating for machining of Inconel 718 superalloy. **Surface and Coatings Technology**, 204, p. 2465-2471, 2010.

FRYKHOLM, R.; ANDRÉN, H.O. Development of the microstructure during gradient sintering of cemented carbide. **Materials Chemistry and Physics**, 67, p. 203-208, 2001.

FUKUI, Y.; YAMANAKA, N.; ENOKIDA, Y. Bending strength of an Al-Al₃Ni functionally graded material. **Composites Part B** 28B, p. 37-43, 1997.

GADELMAWLA, E.S.; KOURA, M.M.; MAKSOUD, T.M.A.; ELEWA, I.M.; SOLIMAN, H.H. Roughness parameters. **Journal of Materials Processing Technology**, 123, p. 133-145, 2002.

GERMAN, R.M. **Powder metallurgy science**. Princeton: Metal Powder Industries Federation, 1984. 279 p.

GERMAN, R.M. **Liquid phase sintering**. New York: Plenum Press, 1985. 251 p.

GERMAN, R.M. **Sintering theory and practice**. New York: John Wiley & Sons Inc., 1996. 550 p.

GERMAN, R.M.; PARK, S.J. **Handbook mathematical relations in particulate materials processing: ceramics, powder metals, cermets, carbides, hard materials, and minerals**. New York: John Wiley & Sons, 2008. 419 p.

GILLIA, O.; CAILLENS, B. Fabrication of a material with composition gradient for metal/ceramic assembly. **Powder Technology**, 2010, doi:10.1016/j.powtec.2010.08.029

GROZA, J.; ZAVALANGOS, A. Sintering activation by external electrical field. **Materials Science and Engineering A**, 287, p. 171-177, 2000.

GUESSER, W.L. **Propriedades mecânicas dos ferros fundidos**. São Paulo: Editora Blucher, 2009. 336 p.

HUTCHINGS, I.M. **Tribology: friction and wear of engineering of materials**. London: Arnold, p. 272, 1992.

ICHINOSE, N.; MIYAMOTO, N.; TAKAHASHI, S. Ultrasonic transducers with functionally graded piezoelectric ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, 24, p.1681-1685, 2004.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 1832:1991** Indexable inserts for cutting tools.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 3685:1993** Tool life testing with single-point turning tools.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 10545-3:1995/Cor.1:1997(E)** Ceramic tiles – part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative and bulk density.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 4288:1996** Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Rules and procedures for the assessment of surface texture.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. **ISO 513:2004** Classification and application of hard cutting materials for metal removal with defined cutting edges.

JAIN, M.; SADANGI, R.K.; CANNON, W.R.; KEAR, B.H. Processing of functionally graded WC/Co/Diamond nanocomposites. **Scripta Materialia**, 44, p. 2099-2103, 2001.

JAWORSKA, L.; ROZMUS, M.; KRÓLICKA, B.; TWARDOWSKA, A. Functionally graded cermets. **Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering**, v. 17, p. 73-76, 2006.

KALPAKJIAN, S.; SCHMID, S. R. **Manufacturing engineering and technology**, 5th Edition, Upper Saddle River: Prentice Hall, 2006. 1295 p.

KANG, S.-J.L. **Sintering, densification, grain growth and microstructure**. 1st Edition, Oxford: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005. 265 p.

KATHREIN, M.; MICHOTTE, C.; PENOY, M.; POLCIK, P.; MITTERER, C. Multifunctional multi-component PVD coatings for cutting tools. **Surface and Coatings Technology**, 200, p. 1867-1871, 2005.

KAWASAKI, A.; WATANABE, R. Concept and P/M fabrication of functionally gradient materials. **Ceramics International**, 23, p. 79-83, 1997.

KIM, Y.-W.; LEE, J.-G. Pressureless sintering of alumina-titanium carbide composites. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 72, n. 8, p. 1333-1337, 1989.

KÖNIG, W.; KLOCKE, F. **Fertigungsverfahren: drehen, fräsen und bohren**. Berlin: Springer-Verlag, 1997. 471 p.

KOMANDURI, R. Advanced ceramic tool materials for machining. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, v. 8, n. 2, p. 125-132, 1989.

LIU, X.; HUANG, Y.; YANG, J. Effect of rheological properties of the suspension on the mechanical strength of Al₂O₃-ZrO₂ composites prepared by gelcasting. **Ceramics International**, 28, p. 159-164, 2002.

MACHADO, A.R.; ABRÃO, A.M.; COELHO, R.T.; DA SILVA, M.B. **Teoria da usinagem dos materiais**. 2ª Edição, São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2011. 371 p.

MACHADO, I.F.; MENAPACE, C.E.; MOLINARI, A. Preliminary studies of WC-Co-H13 steel functionally graded material manufactured by means of SPS. **Proceedings of the 20th International Congress of Mechanical Engineering**, Gramado, Brazil, 2009a.

MACHADO, I.F.; GIRARDINI, L.; LONARDELLI, I.; MOLINARI, A. The study of ternary carbides formation during SPS consolidation process in the WC-Co-steel system. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 27, p. 883-891, 2009b.

MA, J.; TAN, G.E.B. Processing and characterization of metal-ceramics functionally gradient materials. **Journal Material Processing Technology**, 113, p. 446-449, 2001.

MASUDA, H.; HIGASHITANI, K.; YOSHIDA, H. **Powder technology handbook**. 3rd. Edition, Boca Raton : Taylor & Francis, 2006. 889 p.

MELO, A.C.A.; MILAN, J.C.; da SILVA, M.B.; MACHADO, A.R. Some observations on wear and damages in cemented carbide tools. **Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences & Engineering**, v. XXVIII, n. 3, p. 269-277, 2006.

MENG, F.; LIU, C.; ZHANG, F.; TIAN, Zh.; HUANGA, W. Densification and mechanical properties of fine-grained Al_2O_3 - ZrO_2 composites consolidated by spark plasma sintering. **Journal of Alloys and Compounds**, 512, p. 63- 67, 2012.

MEYERS, A.M.; CHAWLA, K.K., **Mechanical behavior of materials**. Cambridge: Cambridge University Press, 2009. 856 p.

MOMPER, I.F. Flexible production with ceramics. **Production Engineer**, p. 18-19, 1987.

MORIGUCHI, H.; TSUDUKI, K.; IKEGAYA, A.; MIYAMOTO, Y.; MORISADA, Y. Sintering behavior and properties of diamond/cemented carbides. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 25, p. 237-243, 2007.

MOTT, M.; EVANS, J.R.G. Zirconia/alumina functionally graded material made by ceramic ink jet printing. **Materials Science and Engineering A**, 271, p. 344-352, 1999.

NETO, B.B.; SCARMINIO, I.S.; BRUNS, R.E. **Planejamento e Otimização de Experimentos**. Campinas: Editora da UNICAMP, 1995. 299 p.

NOMURA, T.; MORIGUCHI, H.; TSUDA, K. ISOBE, K. Material design method for the functionally graded carbide. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 17, p. 397-404, 1999.

NORDIN, M.; LARSSON, M.; HOGMARK, S. Mechanical and tribological properties of multilayered PVD TiN/CrN, TiN/MoN, TiN/NbN and TiN/TaN coatings on cemented carbide. **Surface and Coatings Technology**, 106, p. 234-241, 1998.

OELGARDT, C.; ANDERSON, J.; HEINRICH, J.G.; MESSING, G.L. Sintering, microstructure and mechanical properties of Al_2O_3 - Y_2O_3 - ZrO_2 (AYZ) eutectic composition ceramic microcomposites. **Journal of the European Ceramic Society**, 30, p. 649-656, 2010.

OLIVEIRA, F.A.; LOPES, A.C.; FERNANDES, J.C.; SACRAMENTO, J.; VALENTE, M.A. Fracture behaviour of a new submicron grained cemented carbide. **Ciência & Tecnologia dos Materiais**, v. 20, n. 1/2, p. 52-59, 2008.

ORRÙ, R.; LICHERI, R.; LOCCI, A.M.; CINCOTTI, A.; CAO, G. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. **Materials Science and Engineering R**, 63, p. 127-287, 2009.

PADILHA, A.F., AMBROZIO, F.F. **Técnicas de análise microestrutural**. Curitiba: Editora Hemus, 1985. 190 p.

PASTOR, J.Y.; POZA, P.; LLORCA, J.; PEÑA, J.I.; MERINO, R.I.; ORERA, V.M. Mechanical properties of directionally solidified $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$. **Materials Science & Engineering A**, 308, p. 241-249, 2001.

RAHAMAN, M.N. **Ceramic processing and sintering**. 2nd Edition, New York: CRC Press Taylor & Francis Group, 2003. 875 p.

RAHAMAN, M.N. **Sintering of ceramics**. New York: CRC Press Taylor & Francis Group, 2008. 388 p.

RAVICHANDRAN, K.S. Thermal residual stresses in a functionally graded material system, **Materials Science & Engineering A**, 201, p. 269-276, 1995.

REED, J.S. **Introduction to the principles of ceramic processing**. 2nd Edition, New York: John Wiley & Sons, 1995. 658 p.

SANTANACH, J.G.; WEIBEL, A.; ESTOURNÈS, C.; YANG, Q.; LAURENT, Ch.; PEIGNEY, A., Spark plasma sintering of alumina: study of parameters, formal sintering analysis and hypotheses on the mechanism(s) involved in densification and grain growth. **Acta Materialia**, 59, p. 1400-1408, 2011.

SARMA, D.K.; DIXIT, U.S. A comparison of dry and air-cooled turning of grey cast iron with mixed oxide ceramic tool. **Journal of Materials Processing Technology**, 190, p. 160-172, 2007.

SHAW, M.C. **Metal cutting principles**. 2nd Edition. New York: Oxford University Press, 2005. 651 p.

SHAW, M.C.; THURMAN, A.L.; ARLGREN, H.J. A plasticity problem involving plane strain and plane stress simultaneously: Groove formation in the machining of high-temperature alloys. **Journal of Engineering for Industry**, Trans ASME, p. 142-146, 1966.

SHI, X.L.; SHAO, G.Q.; DUAN, X.L.; YUAN, R.Zh.; LIN, H.H. Mechanical properties, phases and microstructure of ultrafine hardmetals prepared by WC-6.29Co nanocrystalline composite powder. **Materials Science and Engineering A**, 392, p. 335-339, 2005.

SOUZA, J.V.C.; NONO, M.C.A.; RIBEIRO, M.V.; MACHADO, J.P.B.; SILVA, O.M.M. Cutting forces in turning of gray cast iron using silicon nitride based cutting tool. **Materials and Design**, 30, p. 2715-2720, 2009.

STACHOWIAK, G.W.; BATCHELOR, A.W. **Engineering tribology**. 3rd Edittion. Oxford: Elsevier Butterworth-Heinemann, 2005, 832 p.

TONELLO, K.P.S. **Compósitos de alumina com adições de NbC, TaC e TiC, para aplicações em ferramentas de corte**. 2013. 109 p. Tese (Doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares. São Paulo, 2013.

TOKITA, M. Mechanism of Spark Plasma Sintering. **Proceedings of 2000 Powder Metallurgy World Congress**, Kyoto, Japan, p. 729-732, 2000.

TRENT, E.M. Cutting steel and iron with cemented carbide tools – Part II: Conditions of seizure at the tool/work interface. **Journal of the Iron and Steel Institute**, November, p. 923-932, 1963.

TRENT, E.M. Metal cutting and the tribology of seizure: III-Temperature in metal cutting. **Wear**, v. 128, p. 65-81, 1988.

TRENT, E.M.; WRIGHT, P.K. **Metal cutting**. 4th edition, Boston: Butterworth-Heinemann, 2000. 446 p.

TROMBINI, V.; PALLONE, E.M.J.A.; MUNIR, Z.A.; TOMASI, R. Spark plasma sintering de nanocompósitos de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. **Cerâmica**, v. 53, n. 325, p. 62-67, 2007.

TUAN, W.H.; LIU, S.M.; HO, C.J.; LIN, C.S.; YANG, T.J.; ZHANG, D.M.; FU, Z.Y.; GUO, J.K. Preparation of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-Ni}$ nanocomposite by pulse electric current and pressureless sintering. **Journal of the European Ceramic Society**, 25, p. 3125-3133, 2005.

TUPY. **Relatório de Serviços Laboratoriais – Nº 237/11** (Laboratório Metalúrgico e Mecânico/Tupy), 2011. 7 p.

UPADHYAYA, G.S. Materials science of cemented carbide — An overview. **Materials and Design**, 22, p. 483-489, 2001.

UPADHYAYA, G.S. **Powder metallurgy technology**. Cambridge: Cambridge International Science Publishing, 2002. 160 p.

XING, A.; JUN, Z.; CHUANZHEN, H.; JIANHUA, Z. Development of an advanced ceramic tool material — functionally gradient cutting ceramics. **Materials Science and Engineering A248**, p. 125-131, 1998.

XU, C.; AI, X.; HUANG, C. Fabrication and performance of an advanced ceramic tool material, **Wear**, 249, p. 503-508, 2001.

WANG, L.; ZHANG, J.; JIANG, W. Recent development in reactive synthesis of nanostructured bulk materials by spark plasma sintering. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, 39, p. 103-112, 2013.

WATANABE, Y.; SATO, H. Review fabrication of functionally graded materials under a centrifugal force, in: **Nanocomposites with unique properties and applications in medicine and industry**, Dr. John Cuppoletti (Ed.), InTech, 2011, 360 p.

WATARI, F.; YOKOYAMA, A.; SASO, F.; UO, M.; KAWASAKI, T. Fabrication and properties of functionally graded dental implant. **Composites Part B 28B**, p. 5-11, 1997.

ZHANG, Y.; WANG, L.; JIANG, W.; CHEN, L.; BAI, G. Microstructure and properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ nanocomposites fabricated by spark plasma sintering from high-energy ball milled reactants. **Journal of the European Ceramic Society**, 26, p. 3393-3397, 2006.

ZHAO, J.; AI, X.; HUANG, X.P. Relationship between the thermal shock behavior and the cutting performance of a functionally gradient ceramic tool. **Journal of Materials Processing Technology**, 129, p. 161-166, 2002.

ZHAO, J.; HOLLAND, T.; UNUVAR, C.; MUNIR, Z.A. Sparking plasma sintering of nanometric tungsten carbide. **Int. Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 27, p. 130-139, 2009.

ZHAO, J.; YUAN, X.; ZHOU, Y. Cutting performance and failure mechanisms of an $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WC}/\text{TiC}$ micro-nano-composite ceramic tool. **International Journal of Refractory Metals & Hard Materials**, 28, p. 330-337, 2010.

ZHAO, S.; SONG, X.; ZHANG, J. AND LIU, X. Effects of scale combination and contact condition of raw powders on SPS sintered near-nanocrystalline WC-Co alloy. **Material Science of Engineering A**, 473, p. 323-329, 2008.

ZHOU, Y.; HIRAO, K.; YAMAUCHI, Y.; KANZAKI, S. Densification and grain growth in Pulse electric current sintering of alumina, **Journal of the European Ceramic Society**, 24, p. 3465-3470, 2004.

ZOREV, N.M. Interrelationship between shear processes occurring along tool face and on shear plane in metal cutting. **International Research in Production Engineering**, ASME, p. 42-49, 1963.