INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2 a verde e
parcialmente sinterizados**

ANDRÉ ALMEIDA SILVA

**Dissertação apresentada como parte dos
requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área
de Tecnologia Nuclear - Materiais**

Orientador:

Prof. Dr. Luis Antonio Genova

São Paulo

2021

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Autarquia Associada à Universidade de São Paulo

**Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2 a verde e
parcialmente sinterizados**

Versão Corrigida
Versão Original disponível no IPEN

ANDRÉ ALMEIDA SILVA

Dissertação apresentada como parte
dos requisitos para obtenção do Grau de
Mestre em Ciências na Área de
Tecnologia Nuclear – Materiais

Orientador:
Prof. Dr. Luis Antonio Genova

São Paulo
2021

Fonte de Financiamento: CAPES

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho,
para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte

Como citar:

SILVA, A. A. ***Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2 a verde e parcialmente sinterizados***. 2021. 125 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de geração automática da Biblioteca
IPEN/USP,
com os dados fornecidos pelo(a) autor(a)

Silva, André Almeida

Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2
a verde e parcialmente sinterizados / André Almeida Silva;
orientador Luis Antonio Genova. -- São Paulo, 2021.
125 p.

Dissertação (Mestrado) - Programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear (Materiais) -- Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares, São Paulo, 2021.

Folha de Aprovação

Autor: André Almeida Silva

Título: Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2 a verde e parcialmente sinterizados

Dissertação apresentada ao programa de Pós-Graduação em
Tecnologia Nuclear da Universidade de São Paulo
para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Data 22/02/2021

Banca Examinadora

Prof. Dr.: Luis Antonio Genova

Instituição: IPEN. Julgamento: Aprovado

Prof. Dr.: Renato Altobelli Antunes

Instituição: UFABC. Julgamento: Aprovado

Prof. Dra.: Rosa Maria da Rocha

Instituição: CTA. Julgamento: Aprovado

*Dedico esse trabalho aos
meus pais, Maria das Graças e Rubem,
à minha esposa Patrícia,
e às minhas filhas
Maria Eduarda e Beatriz
por todo apoio e incentivo!*

Agradecimentos

Meus sinceros agradecimentos ao meu orientado, Dr. Luis Antônio Genova pela orientação, amizade, paciência e companheirismo durante esses anos.

Agradeço à Dra. Nilce Ortiz por ter sido a pessoa que me incentivou e me mostrou o caminho para dar início ao curso de pós graduação e por ter depositado em mim toda a confiança.

Ao Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, em especial ao Centro de Ciências e Tecnologia dos Materiais CCTM pela infraestrutura e oportunidade de desenvolver esse trabalho.

À CAPES pela bolsa de estudos concedida.

Aos amigos que fiz durante essa etapa da minha vida, e que levarei para sempre no meu coração.

Agradeço a todos os funcionários, alunos e pesquisadores do CCTM/IPEN pelo companheirismo, aprendizado e amizade feita durante essa trajetória.

Agradeço enormemente à toda minha família, meus pais Maria das Graças e Rubem Silva, pelo apoio, compreensão e paciência que tiveram comigo durante essa jornada.

RESUMO

SILVA, A. A. ***Otimização dos parâmetros de usinagem de Al_2O_3 e ZrO_2 a verde e parcialmente sinterizados***. 2021. 125 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

O processo de usinagem de peças cerâmicas sinterizadas se mostra, na maioria das vezes, inviável devido à sua alta dureza, elevada resistência ao desgaste e baixa tenacidade à fratura, se limitando a polimentos e lapidações. Uma alternativa que vem sendo cada vez mais empregada para a confecção de peças cerâmicas com geometria complexa é a usinagem dos corpos no estado a verde ou parcialmente sinterizados. O processo de usinagem sofre forte interferência das características do material (como resistência mecânica, dureza, densidade aparente), das características da ferramenta de corte (geometria da ponta, granulometria) e parâmetros de operação da máquina (como avanço e rotação da ferramenta, profundidade de corte e lubrificação). A usinagem de cerâmicas a verde ou parcialmente sinterizadas vem sendo amplamente empregada como uma etapa do processamento de peças cerâmicas, com destaque para a produção de isoladores cerâmicos de velas de ignição, e de componentes dentários a partir da usinagem por CAD/CAM de blocos de zircônia parcialmente sinterizados. Neste trabalho estudaram-se as condições de usinagem de peças de alumina, de zircônia, e de compósitos alumina/zircônia, prensadas isostaticamente, a verde ou parcialmente sinterizadas (800 a 1200 °C), empregando-se uma fresadora CNC simples e de baixo custo. Parâmetros como rotação, geometria e granulometria de ferramenta, taxa de avanço, profundidade de corte e lubrificação, pressão de compactação e temperatura empregada na sinterização parcial foram variados empregando-se o método de Taguchi de planejamento de experimentos, de modo a otimizar o processo e avaliar o efeito dos parâmetros envolvidos a partir de um número reduzido de experimentos. A influência destes parâmetros na qualidade da usinagem foi avaliada pela rugosidade da superfície usinada e pela integridade de suas bordas. Foi possível determinar um conjunto de condições relacionadas às características dos corpos cerâmicos e aos parâmetros de usinagem que permitiram obter corpos com integridade de arestas e com baixa rugosidade (R_a).

A partir dos resultados pode-se confeccionar diferentes peças de geometrias complexas, com destaque para rotores de bombas rotativas.

Palavras chave: usinagem de cerâmicas, alumina, zircônia, design de experimentos, Taguchi.

ABSTRACT

SILVA, A. A. **Optimization of Al₂O₃ and ZrO₂ machining parameters in green and partially sintered**. 2021. 125 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear), Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN-CNEN/SP, São Paulo. Disponível em: (data de consulta no formato: dd/mm/aaaa)

The machining process of sintered ceramic parts proves, in most cases, unfeasible due to its high hardness, high wear resistance and low fracture toughness, limited to polishing and lapping. An alternative that is being increasingly used for the manufacture of ceramic pieces with complex geometry is the machining of the bodies in the green state or partially sintered. The machining process is strongly affected by material characteristics (such as mechanical strength, hardness, apparent density), cutting tool characteristics (geometry and granulometry) and machine operating parameters (such as tool feed and rotation, depth cutting and lubrication). The machining of green or partially sintered ceramics has been widely used as a stage for the processing of ceramic parts, with emphasis on the production of ceramic spark plug insulators, and dental components from the machining by CAD / CAM of partially sintered zirconia blocks. In this work, we studied the machining conditions of alumina, zirconia, and alumina / zirconia composites, isostatically pressed, in a green condition or partially sintered (800 to 1200 ° C), using a simple and low-cost CNC milling machine. Parameters such as tool rotation, geometry and granulometry, feed rate, depth of cut and lubrication, compaction pressure and temperature used in partial sintering were varied using the Taguchi method of design of experiments, in order to optimize the process and evaluate the effect of the parameters involved from a reduced number of experiments. The influence of these parameters on the machining quality was evaluated by the roughness of the machined surface and the integrity of its edges. It was possible to determine a set of conditions related to the characteristics of the ceramic bodies and the machining parameters that allowed to obtain bodies with edge integrity and low roughness (Ra). From the results, different components of complex geometries can be made, with emphasis on rotary pump rotors.

Keywords: machining of ceramics, alumina, zirconia, design of experiments, Taguchi.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina a verde	30
Tabela 2 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina parcialmente sinterizados.....	31
Tabela 3 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de zircônia parcialmente sinterizados	32
Tabela 4 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina, zircônia e ATZ, parcialmente sinterizados	34
Tabela 5 – Superfície específica das matérias-primas estudadas	37
Tabela 6 – Fluidez, densidade solta e densidade batida dos pós estudados...	37
Tabela 7 - Variação da densidade relativa com a pressão de compactação isostática para a alumina, zircônia e ATZ estudadas	41
Tabela 8 - retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material Al_2O_3	45
Tabela 9 - retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ZrO_2	46
Tabela 10 - Retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ATZ.....	48
Tabela 11 - Densidade aparente em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.....	50
Tabela 12 - Densidade teórica em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	51
Tabela 13 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ sem retificação das amostras.....	56

Tabela 14 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ com as amostras retificadas.....	57
Tabela 15 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 : efeito da retifica dos corpos de prova	58
Tabela 16 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ATZ: efeito da retifica dos corpos de prova.....	59
Tabela 17 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ZrO_2 : efeito da retifica dos corpos de prova	60
Tabela 18 - Resistência mecânica a flexão em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	62
Tabela 19 - Tenacidade à fratura em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	63
Tabela 20 - Valores médios das rugosidades R_a e R_z e suas respectivas razões Sinal/Ruído, obtidos com a usinagem da alumina a verde.....	69
Tabela 21 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina a verde.	70
Tabela 22 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina a verde.	70
Tabela 23 - Valores médios das rugosidades R_a e S/R para os experimentos realizados com a alumina parcialmente sinterizada.	74
Tabela 24 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.....	75
Tabela 25 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.	75
Tabela 26 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.....	76
Tabela 27 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.	76
Tabela 28 – Parâmetros de usinagem otimizados para alumina parcialmente sinterizada.....	78

Tabela 29 – valores de rugosidade R_a e sinal/ruído (S/R) obtidos após o segundo ensaio de usinagem com zircônia	81
Tabela 30 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, sem refrigeração.....	82
Tabela 31 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a zircônia parcialmente sinterizada, sem refrigeração.	82
Tabela 32 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, com refrigeração.....	82
Tabela 33 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a zircônia parcialmente sinterizada, com refrigeração.	83
Tabela 34 - Parâmetros de usinagem otimizados para Zircônia	84
Tabela 35 – Valores de rugosidade e sinal/ruído obtidos após os ensaios de usinagem com alumina, zircônia e ATZ.	88
Tabela 36 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.	89
Tabela 37 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.....	89
Tabela 38 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, condições severas.....	89
Tabela 39 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.....	90
Tabela 40 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a ATZ parcialmente sinterizada, condições severas.	90
Tabela 41 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a ATZ parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.....	90
Tabela 42 - Parâmetros de usinagem otimizados de alumina, zircônia e ATZ sob condições mais severas.	92

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Exemplos de rotores cerâmicos de nitreto de silício	5
Figura 2 – Componentes odontológicos de zircônia produzidos por usinagem. 5	
Figura 3 – Exemplo de um rugosímetro.	10
Figura 4 - Elementos de uma superfície usinada	10
Figura 5 – Representação gráfica da rugosidade média R_a	11
Figura 6 – Representação gráfica da rugosidade R_z	12
Figura 7 – Representação gráfica da rugosidade R_y	12
Figura 8 - Publicações relacionadas ao planejamento experimental ao longo dos últimos anos, com base no banco de dados Scopus.	13
Figura 9 – Publicações relacionadas ao planejamento experimental por área, segundo a base de dados Scopus.	13
Figura 10 – Modelo de um processo ou sistema de produção	15
Figura 11 – Detalhes do dispositivo Hall Flowmeter Acu Powder International, LLC, utilizado neste estudo.	20
Figura 12 – Ensaio de flexão em 3 pontos	23
Figura 13 – Identação Vickers indicando a semi-diagonal a , o comprimento da trinca l , e a dimensão c , que é o comprimento da trinca somado à semi-diagonal da impressão.....	25
Figura 14 – Fresadora de bancada Sherline 4410	26
Figura 15 – Ferramenta diamantada KG Sorensen 3098 (1mm)	27
Figura 16 – Exemplo de corpos de prova prensados (a), parcialmente sinterizado (b) e usinados (c)	27
Figura 17 - Ferramenta diamantada de diâmetro de 3 mm (a), produzida pela Master Diamond (para comparação apresenta-se também a ferramenta diamantada de 1 mm produzida pela KG Sorensen 3098 (b), utilizada nos ensaios anteriores).....	33
Figura 18 – Difratoograma de raios X dos pós de Al_2O_3 , ATZ e ZrO_2	36
Figura 19 – Curvas de análise termogravimétrica para a zircônia e a ATZ.....	38
Figura 20 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura MEV dos pós grânulos da alumina (a), da zircônia (b) e da ATZ (c).....	39

Figura 21 – Partículas das matérias-primas estudadas, observadas por MEV-FEG; a) Zircônia, b) ATZ	39
Figura 22 – Variação da densidade relativa com a pressão de compactação isostática para a alumina, zircônia e ATZ estudadas.	41
Figura 23 – Curvas de retração linear obtidas com o tratamento térmico em dilatômetro para os materiais estudados.....	42
Figura 24 – retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material Al_2O_3	44
Figura 25 – Retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ZrO_2	44
Figura 26 – retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ATZ.....	47
Figura 27 – Comparação da retração linear no comprimento em função da temperatura de tratamento térmico dos materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.	47
Figura 28 – Densidade aparente em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.....	49
Figura 29 – Densidade teórica em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.	50
Figura 30 – Rugosidade em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	52
Figura 31 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ sem retificação das amostras.....	55
Figura 32 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ com as amostras retificadas.....	57
Figura 33 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 : efeito da retifica dos corpos de prova	58
Figura 34 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ATZ: efeito da retifica dos corpos de prova.....	59
Figura 35 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ZrO_2 : efeito da retifica dos corpos de prova	60
Figura 36 – Resistência mecânica a flexão em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	61
Figura 37 – Tenacidade à fratura em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ	63

Figura 38 – Micrografias obtidas por MEV, da alumina sinterizada em diferentes temperaturas: a) 1450 °C, b) 1500 °C, c) 1550 °C e d) 1600 °C.....	64
Figura 39 – Microestruturas da zircônia sinterizada em diferentes temperaturas: a) 1450 °C, b) 1500 °C, c) 1550 °C e d) 1600 °C.....	65
Figura 40 – Microestruturas da ATZ sinterizada em diferentes temperaturas: a) 1450 °C, b) 1500 °C, c) 1600 °C	66
Figura 41 – Detalhes dos canais usinados sob diferentes condições em corpos de alumina: (a) alumina a verde, e em (b) alumina parcialmente sinterizada. .	68
Figura 42 – Efeito dos fatores na rugosidade e razão sinal/ruído para a usinagem da alumina a verde.....	71
Figura 43 – Exemplo de (a) gráficos de contorno e (b) gráficos de superfície 3D, produzidos pelo software Minitab 18, a partir dos resultados obtidos com a usinagem da alumina a verde.	72
Figura 44 – Alumina usinada a verde: Gráficos de contorno de R_a para Pressão x Rotação (a) e R_a para Pressão x Profundidade (b).	73
Figura 45 – Efeito dos fatores na rugosidade e razão sinal/ruído para a usinagem da alumina parcialmente sinterizada. Pode-se avaliar também o efeito da refrigeração.	77
Figura 46 – Alumina parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).	79
Figura 47 – Alumina parcialmente sinterizada: gráficos de superfície para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).	80
Figura 48 - Gráficos de efeitos principais rugosidade e razão S/R em função dos parâmetros de usinagem da zircônia parcialmente sinterizada nos ensaios sem e com refrigeração: (a) avanço, (b) profundidade, (c) rotação e (d) temperatura	83
Figura 49 – Corpo de prova usinado com os parâmetros otimizados de usinagem de zircônia, sob refrigeração.	85

Figura 50 – Zircônia parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).	85
Figura 51 – Zircônia parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d)..	87
Figura 52 - Gráficos de efeitos principais rugosidade e razão S/R x parâmetros de usinagem da alumina, zircônia e ATZ parcialmente sinterizada com refrigeração: (a) fator avanço, (b) fator profundidade, (c) fator rotação e (d) fator temperatura.	91
Figura 53 - Gráficos de contorno construídos com o software Minitab 18 a partir dos dados de rugosidade obtidos neste estudo. (a) alumina, (b) zircônia, (c) ATZ	92
Figura 54 - Gráficos de superfície construídos com o software Minitab 18 a partir dos dados de rugosidade obtidos neste estudo. (a) alumina, (b) zircônia, (c) ATZ	93
Figura 55 – Ferramenta diamantada de 3mm fornecida pela Master Diamond. Em (a) tem-se a ferramenta sem uso e em (b), após a usinagem de um rotor.	95
Figura 56 – Rotores de alumina produzidos neste estudo, usinados a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.	95
Figura 57 – Rotor de zircônia produzido neste estudo, usinado a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.	96
Figura 58 – Rotor de ATZ produzido neste estudo, usinado a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.	96
Figura 59 – Rotores de alumina, zircônia e ATZ produzidos neste estudo, usinados a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.	97

LISTA DE ABREVIATURAS

ATZ - Compósito de alumina / zircônia

CAD - Desenho assistido por computador

CAM - Manufatura auxiliada por computador

CBN - Nitreto de Boro Cúbico Cristalino

CNC - Comando numérico computadorizado

DMA - Análise Dinâmico Mecânica

DOE - Planejamento de Experimentos

MEV – Microscópio eletrônico de varredura

MgO - Óxido de magnésio

PEG - Polietileno glicol

PVA - Poliacetato de vinila

S/R – Sinal Ruído

Tg – Temperatura de transição vítrea

Sumário

1 INTRODUÇÃO.....	1
2 OBJETIVOS.....	3
2.1 Objetivos Específicos	3
3 REVISÃO DA LITERATURA.....	4
3.1 Usinagem de Materiais Cerâmicos.....	4
3.1.1 Usinagem de cerâmica a verde e parcialmente sinterizada	6
3.1.2 Usinagem de cerâmicas sinterizadas.....	8
3.2 Rugosidade	9
3.2.1 Parâmetros de Avaliação da Rugosidade	11
3.3 Planejamento de Experimentos.....	12
3.3.1 Método de Taguchi.....	15
4 MATERIAIS E MÉTODOS	18
4.1 Matérias-primas utilizadas	18
4.2 Caracterizações das matérias-primas	18
4.2.1 Difração de Raios X (DRX)	18
4.2.2 Análise termogravimétrica (TG).....	18
4.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos pós e grânulos	19
4.3 Compactação dos materiais estudados.....	19
4.3.1 Fluides e densidade solta dos pós	19
4.3.2 Curvas de compactação dos pós	20
4.4 Efeito do tratamento térmico nas características e propriedades dos materiais	20
4.4.1 Curvas de densificação em dilatômetro	21
4.4.2 Densidade aparente	21

4.4.3 Retração linear	21
4.4.4 Rugosidade superficial (R_a).....	22
4.4.5 Módulo Elástico	22
4.4.6 Resistência mecânica à flexão	22
4.4.7 Dureza Vickers	23
4.4.8 Tenacidade à fratura	24
4.4.9 Análise microestrutural.....	25
4.5 Ensaio de usinagem	25
4.5.1 Usinagem de blocos de alumina a verde	28
4.5.2 Usinagem de blocos de alumina parcialmente sinterizadas...	29
4.5.3 Usinagem de blocos de zircônia parcialmente sinterizadas ...	31
4.5.4 Usinagem, sob condições severas, de blocos de alumina, de zircônia e de ATZ, parcialmente sinterizados.	33
5 RESULTADOS E DISCUSSÃO	36
5.1 Caracterização das matérias-primas	36
5.2 Compactação dos pós estudados	40
5.3 Tratamento térmico dos materiais	42
5.3.1 Sinterização assistida por dilatômetro.....	42
5.3.2 Retração linear	43
5.3.3 Densidade aparente	48
5.3.4 Rugosidade superficial.....	51
5.4 Propriedades mecânica	53
5.4.1 Módulo Elástico	53
5.4.2 Resistência mecânica à flexão	61
5.4.3 Tenacidade à fratura	62
5.5 Análise Microestrutural	64
5.6 Usinagem	67

5.6.1 Usinagem de alumina à verde.....	67
5.6.2 Usinagem da alumina parcialmente sinterizada.....	73
5.6.3 Usinagem da zircônia parcialmente sinterizada	80
6 CONCLUSÕES.....	98
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	99

1 INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos são utilizados na produção de uma ampla gama de produtos devido a um conjunto ímpar de propriedades e características, como a resistência à altas temperaturas, alta dureza, resistência ao desgaste, resistência mecânica à compressão, baixa massa específica, inércia química etc. Eles são empregados em diversos ramos tecnológicos como a metalurgia, química, médica, mecânica, biológica, óptica, nuclear etc.

No entanto, há alguns obstáculos à maior expansão destas aplicações, relacionadas à sua inerente baixa tenacidade à fratura, que exigem cuidados específicos a serem considerados nos projetos^[1]. Dessa forma, a simples substituição de uma peça metálica por uma cerâmica, por exemplo, na maioria das vezes, é insuficiente e com pequena possibilidade de sucesso.

A maioria dos componentes cerâmicos são conformados a partir de um pó, sendo a seguir sinterizados em elevadas temperaturas, podendo finalmente passar por etapas de acabamento e usinagem para o ajuste nas dimensões necessárias.

Neste estudo, foram avaliadas as condições de usinagem para materiais cerâmicos a base de alumina e de zircônia, que estão entre as principais cerâmicas técnicas que vêm sendo empregadas atualmente. Suas características específicas são: a alta dureza e resistência ao desgaste da alumina, e a alta resistência mecânica e tenacidade à fratura da zircônia.

A ampliação do uso de materiais cerâmicos vem acompanhada também, da exigência de confecção de peças cada vez mais complexas no que se refere à geometria e com elevada precisão dimensional^[2]. Apesar dos avanços conquistados na área de conformação de materiais cerâmicos, tais como injeção, gel- casting, manufatura aditiva, etc., muitas peças só podem ser produzidas se submetidas a etapas de usinagem^[3]. A usinagem de corpos cerâmicos pode ocorrer em três diferentes situações: nas peças já sinterizadas, nas peças parcialmente sinterizadas, e nas peças a verde, conformadas e secas.

A alta dureza e baixa tenacidade à fratura das cerâmicas sinterizadas faz com que a operação de usinagem destes materiais seja bastante lenta e onerosa, com taxas muito baixas de remoção de material para eliminar ou minimizar o surgimento de defeitos subsuperficiais, que reduzem significativamente a resistência do produto acabado^[3,4,5]. Outro fator que precisa ser levado em consideração nesse processo com corpos cerâmicos sinterizados é a necessidade de máquinas-ferramenta de alta rigidez e, portanto, de alto custo. Estudos indicam que, embora possa haver variações, os custos envolvidos com a etapa de usinagem de cerâmicas sinterizadas representam uma fração significativa dos custos globais de produção de um componente cerâmico, podendo em alguns casos representar 80 % destes custos^[6]. Por estes motivos, na grande maioria das vezes, se reduz às operações de polimento e lapidação de superfícies, sendo que outras operações mais complexas somente se justificam em situações especiais. Isso faz que seja fundamental o desenvolvimento de processos alternativos, como é o caso da usinagem de peças a verde ou parcialmente sinterizadas.

2 OBJETIVOS

Otimizar as condições de processamento e usinagem de peças cerâmicas a verde e parcialmente sinterizadas, a base de alumina e de zircônia, em uma fresadora CNC simples e de baixo custo, possibilitando a confecção de peças com geometrias complexas.

2.1 Objetivos Específicos

- Estudar o efeito da pressão de compactação na densificação a verde dos materiais;
- Estudar a densificação dos materiais por dilatometria e sinterizações na faixa de 800 a 1600 °C com o intuito de determinar a faixa de temperatura na qual os materiais são pré-sinterizados e a retração após a sinterização para ser acrescida nas dimensões das peças a verde;
- Caracterizar os materiais sinterizados quanto a microestrutura, rugosidade e propriedades mecânicas;
- Aplicar o método de Taguchi para realização dos ensaios de usinagem;
- Confeccionar peças com geometrias complexas por usinagem, utilizando os parâmetros determinados nos ensaios de usinagem.

3 REVISÃO DA LITERATURA

3.1 Usinagem de Materiais Cerâmicos

O conceito de usinabilidade é bem estabelecido para os metais, estando relacionado à taxa de remoção do material, à sua resistência específica ao desbaste ou ao corte, ao desgaste da ferramenta e à qualidade da superfície após a usinagem. Para os metais considera-se que, de um modo geral, quanto maior a taxa de remoção, maior a usinabilidade. Para as cerâmicas estes critérios não são adequados, uma vez que o fator limitante não é a taxa de remoção de material.

Durante a usinagem, a análise dos detritos formados indicam dois principais comportamentos: a fratura frágil para as cerâmicas sinterizadas e a fratura dúctil para os metais; já as cerâmicas a verde ou parcialmente sinterizadas, quando submetidas ao mesmo processo, não são facilmente classificadas entre estes dois comportamentos [8, 9].

Diferentes critérios são propostos na literatura para mensurar a usinabilidade destas cerâmicas, e consideram a influência dos parâmetros de usinagem (como a velocidade de corte, a taxa de avanço e a profundidade de corte), as características do corpo conformado (densidade aparente, resistência mecânica), rugosidade superficial e integridade do corpo produzido [10- 13].

Alguns autores relacionam o desgaste da ferramenta também como um dos critérios para a usinabilidade [9]. As ferramentas recobertas com partículas de diamante, como era de se esperar, são as que apresentam um significativo menor desgaste quando comparadas às de aço ferramenta, metal duro, CBN, etc^[14]. A geometria da ferramenta também é um fator que interfere na qualidade da usinagem da cerâmica a verde ou parcialmente sinterizada^[15].

Durante a usinagem de cerâmicas, muito problemas são causados devido à geração de calor e as temperaturas elevadas associadas ao processo. Esse calor é mais intenso nesse tipo de material, pois eles exigem maior energia do que na usinagem de materiais com baixa resistência. O uso de refrigeração durante a usinagem faz com que a temperatura de corte na ferramenta e na peça

diminuam significativamente, aumentando a vida útil da ferramenta e a qualidade da peça usinada. [16]

Os avanços conquistados na etapa de conformação (com destaque para os novos ligantes orgânicos desenvolvidos e para o processo gel-casting), e na área de usinagem (a partir do sistema CAD-CAM, prototipagem rápida, escaneamento 3D), promoveram um salto espetacular na usinagem de corpos cerâmicos. Podem ser citados como exemplos a confecção de rotores cerâmicos a base de nitreto de silício, utilizados nos motores turbo de automóveis, Figura 1, e os delicados componentes dentários de zircônia, produzidas sob medida, a partir de equipamentos com tecnologia CAD-CAM, Figura 2.

Figura 1 - Exemplos de rotores cerâmicos de nitreto de silício

Fonte: <https://www.twi-global.com/technical-knowledge/job-knowledge/ceramics-materials-joining-and-applications-054>

Figura 2 – Componentes odontológicos de zircônia produzidos por usinagem.

Fonte: https://www.google.com/url?sa=i&url=https%3A%2F%2Fwww.alibaba.com%2Fproduct-detail%2Fdental-cad-cam-milling-machine-dental_60305136611.html&psig=AOvVaw33trGOiuEI_7PHJnl8w8GU&ust=1612209621914000&source=images&cd=vfe&ved=0CA0QjhxFwoTCLDKulf7xu4CFQAAAAAdAAAAABAS

3.1.1 Usinagem de cerâmica a verde e parcialmente sinterizada

A usinagem da cerâmica no estado à verde é realizada na peça após o processo de conformação, e a quantidade e tipo de ligante utilizado, são os responsáveis por fornecer resistência mecânica e usinabilidade suficientes para o processo de remoção de material. ^[17,18]

É muito comum a usinagem de cerâmica antes da sinterização (corpo a verde ou parcialmente sinterizado), pois permite uma melhor produtividade e reduz a probabilidade de trincas durante o processo de sinterização. A usinagem da cerâmica avançada com o material no estágio de sinterização parcial é frequentemente utilizado na área odontológica, para produção de implantes.

Os processos de usinagem em peças cerâmicas a verde ou parcialmente sinterizadas (furação, torneamento, fresagem, etc) são geralmente empregados para viabilizar a confecção de geometrias e detalhes especiais em peças conformadas por diferentes métodos (colagem de barbotina, prensagem, moldagem por injeção, gel-casting, extrusão, etc). São atualmente empregadas na indústria para a fabricação de peças em grande escala (como na produção dos isoladores das velas de ignição) ou em escala menor (como os rotores de motores turbo, cabeças de fêmur ou componentes odontológicos, coroas, pilares, etc) ^[19]. Para cada um dos diferentes processos de usinagem, as peças cerâmicas e o ferramental devem operar em condições adequadas, sob pena de ser ineficiente ou mesmo inviável, considerando que cada operação aplica um diferente conjunto de esforços podendo levar à fratura, lascamentos, início ou propagação de trincas, ou mesmo a uma rugosidade inadequada ^[20, 21].

A resistência mecânica da peça cerâmica a verde é determinada em grande medida pelo tipo e quantidade de ligante presente. A utilização de ligantes termofixos ^[22,23] promove elevada resistência mecânica da peça a verde, mas provoca fratura frágil durante a usinagem, com arrancamento das partículas, podendo acarretar na formação de micro trincas que comprometerão o desempenho da peça após a sinterização. Os ligantes termoplásticos, por sua vez, promovem menor resistência mecânica do corpo a verde, e durante a usinagem podem ocasionar fratura frágil ou dúctil, dependendo da sua

temperatura de transição vítrea (T_g). O ideal é que a usinagem se dê em temperaturas acima da T_g do ligante orgânico, de modo a ocorrer fratura dúctil, reduzindo a possibilidade de formação de defeitos superficiais e promovendo um melhor acabamento superficial [8, 24].

Apesar de o ligante mais utilizado ser o termoplástico álcool polivinílico (PVA), acrescido de polietileno glicol (PEG), que atua como plastificante, reduzindo a T_g do PVA, alguns autores sugerem que os ligantes a base de emulsões acrílicas são os mais apropriados para os casos em que a peça cerâmica será usinada a verde [23, 24]. De um modo geral quanto maior a resistência mecânica da cerâmica a verde, maior a tendência a que ocorra fratura frágil, e, portanto, maior a tendência à formação de defeitos superficiais, e consequentemente, pior a qualidade da usinagem [25].

De uma forma geral, o sucesso da operação de usinagem de cerâmicas a verde ou parcialmente sinterizadas dependem de diversos fatores, que envolvem, as características do pó cerâmico, a densidade e resistência mecânica da peça conformada, as características dos ligantes para as peças a verde e o nível de sinterização para as parcialmente sinterizadas, as condições de usinagem, o tipo de máquina e de ferramenta utilizada, etc.

A avaliação da usinabilidade de um corpo cerâmico, portanto, não é tarefa simples de ser realizada. O melhor critério é a 'qualidade' da peça após a usinagem, o que é muito subjetivo e difícil de quantificar. É possível avaliar a qualidade por meio da quantidade de esboroamento provocado (arrancamento de pequenos pedaços), ou pela retenção de arestas durante a usinagem. Há estudos que indicam que esta retenção é maior quando menor a resistência mecânica do corpo usinado, que por sua vez, favorece a fratura intergranular [34].

Por fim, diversos estudos relacionam a qualidade da usinagem com o acabamento superficial obtido, que por sua vez é relacionado com a rugosidade da peça após sinterização. Quanto melhor o acabamento de usinagem, menor a rugosidade do sinterizado, e maior a sua resistência mecânica, já que os defeitos superficiais são menores [24- 27].

De um modo resumido o procedimento para viabilizar e otimizar a usinagem de peças a verde ou parcialmente sinterizadas é o seguinte:

- definir um sistema de ligantes orgânicos para promover na peça a verde a ser trabalhada, uma resistência mecânica adequada para suportar a operação de usinagem que se pretende, sem a formação de defeitos;
- definir as condições adequadas de tratamento térmico para as peças parcialmente sinterizadas, para que de modo similar, desenvolvam resistência mecânica adequada para suportar a operação de usinagem que se pretende, sem a formação de defeitos;
- definir a geometria ideal, o material e a granulação da ferramenta para a produção de superfícies usinadas de modo a não provocar defeitos e obter acabamento adequado;
- realizar experimentos prévios para definir as condições de usinagem (rotação, velocidade de deslocamento, profundidade, taxa de desgaste, etc.) que se adequem ao conjunto peça mais ferramenta para que o resultado da operação seja o mais satisfatório possível;
- utilizar softwares e instrumentos (sistema CAD/CAM) para definir o melhor caminho de usinagem, evitando ou reduzindo possíveis operações críticas.

3.1.2 Usinagem de cerâmicas sinterizadas

Após o processo de sinterização a usinagem nas cerâmicas ocorre para corrigir possíveis distorções que afetam suas dimensões, formas e o acabamento superficial. Como nesse estágio a peça apresenta baixa tenacidade e alta dureza à remoção do material é dificultada ocasionando em pequenas taxas de remoção do material para minimizar defeitos que diminuem a resistência da peça, nesse cenário a usinagem se torna lenta e onerosa^[28].

A manufatura das cerâmicas no seu estado sinterizado, normalmente se mostra impraticável para uma grande parte dos processos se limitando na maioria das vezes em polimentos e lapidações, devido a sua alta dureza, baixa

tenacidade à fratura, pequena deformação plástica, ainda devemos considerar a demora no processo de remoção do material e os grandes custos envolvidos na usinagem.

A usinagem utilizando ferramenta diamantada é a fundamental maneira de alcançar as formas desejadas e o acabamento superficial das peças cerâmicas após a sinterização. No entanto, essa metodologia cria um alto valor empregado, devido aos instrumentos necessários para a realização da operação, como máquinas ferramentas de alta rigidez tornando o processo economicamente de usinagem nessas condições quase impraticáveis. Ainda devido à sua alta fragilidade, as peças usinadas nestas condições podem sofrer desvantagens como trincas superficiais e subsuperficiais, através da remoção do material, ocasionando em diminuição da resistência mecânica do produto final^[28].

3.2 Rugosidade

A rugosidade superficial pode ser definida como um conjunto de irregularidades, principalmente relevos e reentrâncias presentes em uma superfície^[29]. Podem ser caracterizados como defeitos microgeométricos originados durante o processo de produção, tais como fissuras, rasgos, riscos, etc. As fissuras e rasgos são tipicamente resultantes de marcas de ferramenta durante o processo de usinagem.

As medidas de acabamentos superficiais estão relacionadas ao grau da qualidade exigido para cada aplicação de um componente. A rugosidade é a medida que define esse acabamento superficial, e seu significado é composto pela medida das irregularidades que constituem uma superfície, podendo ser verificada através de um aparelho chamado rugosímetro, Figura 3 ^[30].

Figura 3 – Exemplo de um rugosímetro.

Fonte: <https://www.mitutoyo.com.br/rugosímetros>

O índice de rugosidade tem influência direta no desempenho de componentes mecânicos. Ele altera a capacidade de deslizamento, a resistência ao desgaste, a corrosão, a vazão de fluidos e regiões de determinação de medidas como micrômetros, paquímetros etc ^[31, 32].

A avaliação de uma superfície usinada tem como parâmetros as seguintes características: comprimento da rugosidade (1) e da ondulação (2), a amplitude das cristas (3) e da ondulação (4) e sua orientação, Figura 4 ^[33].

Figura 4 - Elementos de uma superfície usinada

Fonte: Camargo 2002 ^[33]

3.2.1 Parâmetros de Avaliação da Rugosidade

A medida de rugosidade pode ser definida de acordo com os seguintes parâmetros:

A rugosidade média, R_a , é a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas dos afastamentos dos pontos do perfil de rugosidade, tomando como base à linha média, dentro do percurso de medição [33]. R_a pode ser definida como o desvio médio de um perfil de sua linha média, ou ainda, a distância média de um perfil desde sua linha média, em relação ao comprimento analisado; sua representação matemática é definida conforme a equação 1, podendo ser apresentada graficamente pela figura 5 [34].

$$R_a = \frac{1}{l_m} \int_0^{l_m} |y(x)| dx \quad (1)$$

Figura 5 – Representação gráfica da rugosidade média R_a

Fonte: <https://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0S0924013602000602-gr1.gif>

Conforme a norma ISO 4278 a rugosidade R_z é a distância média aritmética entre os cinco picos mais altos e os cinco vales mais profundos, em um determinado comprimento medido de rugosidade; sua representação matemática é definida conforme a seguinte equação 2 [34] e sua representação gráfica apresentada na figura 6 [34].

$$R_z = \frac{1}{5} \left(\sum_{i=1}^5 p_i + \sum_{i=1}^5 v_i \right) \quad (2)$$

Figura 6 – Representação gráfica da rugosidade R_z

Fonte: <https://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0924013602000602-gr2.gif>

O parâmetro R_y é determinado como a distância entre o pico mais alto e o vale mais profundo, dentro de um determinado comprimento medido de rugosidade, expresso conforme a figura 7 [34].

Figura 7 – Representação gráfica da rugosidade R_y

Fonte: <https://ars.els-cdn.com/content/image/1-s2.0-S0924013602000602-gr4.gif>

3.3 Planejamento de Experimentos

Como há um razoável número de parâmetros envolvidos na busca das melhores condições de usinagem, e havendo uma inter-relação entre o efeito deles na qualidade da peça usinada, é recomendável a utilização de uma ferramenta conhecida como planejamento de experimento (DoE - Design of Experiment), cada vez mais utilizada, conforme Figura 8 e aplicada em grande parte das áreas do conhecimento, Figura 9.

Figura 8 - Publicações relacionadas ao planejamento experimental ao longo dos últimos anos, com base no banco de dados Scopus.

Fonte: o autor

Figura 9 – Publicações relacionadas ao planejamento experimental por área, segundo a base de dados Scopus.

Fonte: o autor

Os dados apresentados nas figuras acima foram extraídos da base de dados Scopus. Foram pesquisados os termos “DoE” e “design of experiments” nos campos “título”, “resumo” e “palavras-chave”. A partir de um conjunto de testes ou ensaios planejados, é possível caracterizar quais as variáveis ou fatores exercem maior influência em uma ou mais respostas analisadas. Dito de outra forma, o planejamento de experimentos é uma metodologia matemática empregada para planejar e conduzir experimentos, bem como analisar e interpretar os dados. É um ramo da estatística aplicada usado para conduzir estudos científicos de um sistema, processo ou produto, no qual variáveis de entrada (fatores) são manipuladas de maneira coerente para permitir avaliação de como seus efeitos interferem na variável de resposta analisada.

O Planejamento de Experimentos (DOE) é utilizado para determinar experimentos, definir os dados de entrada, quantidade de variáveis, e quais as condições de trabalho devem ser manipulados de modo a minimizar o número de testes. O emprego de planejamentos experimentais que sejam apoiados em elementos estatísticos possibilita aos pesquisadores o alcance de uma quantidade máxima de dados do modelo em estudo, a partir de um número pequeno de experimentos. Em um experimento são realizadas mudanças intencionais nas variáveis de entrada de um sistema, (figura 10) de maneira que se possam verificar as possíveis mudanças sofridas pela variável de resposta do processo ou sistema analisado [35].

Figura 10 – Modelo de um processo ou sistema de produção

Fonte: PORTAL ACTION [36]

3.3.1 Método de Taguchi

Dentre os métodos possíveis de se empregar a aplicação do planejamento experimental, o arranjo ortogonal de Taguchi vem sendo reportado como um dos mais indicados. Ele é mais simples, e seus resultados proporcionam as condições (envolvendo os parâmetros estudados) mais adequadas para atingir os melhores resultados da operação a partir de um número reduzido de experimentos. A metodologia proposta por Genichi Taguchi, no início dos anos de 1980, apresenta, segundo Montgomery [37] três objetivos principais:

- projetar produtos ou processos que sejam robustos em relação às condições ambientais;
- projetar e desenvolver produtos que sejam robustos à variabilidade de seus componentes;
- -minimizar a variabilidade em torno de um valor nominal.

O termo 'robusto', neste caso, tem o sentido de designar processos e produtos cujo desempenho seja compatível com a qualidade exigida, e que sejam relativamente estáveis aos efeitos de variáveis de difícil controle.

O Método de Taguchi identifica que nem todos os fatores que provocam alteração no processo podem ser controlados, e os diferencia em dois principais grupos: fatores de controle e fatores de ruído. Assim definiu a razão Sinal/Ruído (S/R) como a medida da robustez e confiabilidade do processo, considerando como ruído a contribuição ao processo das variáveis de difícil controle; dessa forma, quanta maior razão S/R, maior será a condição de controle do processo, pois significa que os fatores controláveis minimizam o efeito dos fatores de ruído (de difícil controle). Os ruídos podem ser classificados como externos, internos e ruído do produto.

Ruídos externos são fatores ambientais como temperatura, umidade ou utilização inadequada do produto, e lotes diferentes de materiais. Esses ruídos estão relacionados com deterioração causada pelo tempo, desgaste etc.

Ruídos internos ocorrem a partir da variação em peças produzidas em um mesmo lote, ao desgaste de ferramenta etc.

Ruído do produto ocorre, por exemplo, a partir da degradação durante sua utilização ^[38].

Esse método visa, portanto, garantir a robustez do produto ou do processo, de forma a diminuir as perdas por meio da determinação e do controle das variáveis do processo ou fatores que mais interferem na resposta que se analisa de um produto ou processo. O controle destes fatores possibilita uma maior qualidade nos processos ou produtos, pois permitem reduzir sua variabilidade ^[38].

A razão sinal/ruído (S/R) combina diversas repetições em um valor que reflita o quanto de variação está presente. O método de Taguchi propõe que se analise a resposta média para cada combinação, e que a variabilidade seja analisada escolhendo uma razão sinal/ruído (S/R) apropriado. Existem diversas relações S/R disponíveis, de acordo com o tipo de características: menor é

melhor, maior é melhor ou nominal é melhor ^[38]. As equações para cálculo das relações S/R são:

- “Menor é melhor”, utilizada quando se deseja minimizar os resultados

$$S/R = -10 \cdot \log (\Sigma(Y^2)/n) \quad (3)$$

- “Maior é melhor”, utilizada quando se deseja maximizar os resultados.

$$S/R = -10 \cdot \log (\Sigma(1/Y^2)/n) \quad (4)$$

- “Nominal é melhor” utilizada quando se deseja minimizar a variabilidade em torno de um valor nominal.

$$S/R = -10 \cdot \log (s^2) \quad (5)$$

Onde: Y = respostas para a combinação de nível de determinado fator

n = número de respostas na combinação de níveis de fatores

s = desvio padrão das respostas para todos os fatores de ruído para determinada combinação de níveis de fatores.

Logo, as melhores condições das variáveis de influência são aquelas que maximizam a relação Sinal/Ruído, para cada condição analisada.

As etapas para execução e análise de experimentos pelo método de Taguchi utilizando arranjos ortogonais podem ser classificadas como: ^[38]

- Escolha de fatores e/ou interações para verificação,
- Escolha da quantidade de níveis para cada um dos fatores,
- Escolha do arranjo ortogonal apropriado,
- Atribuição de fatores e ou interações às colunas,
- Execução dos ensaios,
- Análise dos resultados,
- Novo experimento para confirmação.

Neste estudo foi utilizado o arranjo ortogonal L9, com a variação de quatro fatores, cada um com três níveis. A definição de quais fatores serão examinados está diretamente ligada às características de funcionamento dos produtos, para os experimentos e análise dos resultados utilizou-se o software Minitab 18 ^[39].

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Matérias-primas utilizadas

Para este estudo foram utilizadas as seguintes matérias-primas:

- alumina CT-3000, fornecida pela Almatiss, que foi preparada em laboratório, com a adição de 500 ppm de MgO, moagem por 18 horas em moinho de bolas utilizando-se esferas de alta alumina, com 1% em massa de PVA e 0,5% em massa de PEG-3000, sendo posteriormente seca em spray-dryer;
- zircônia estabilizada com 3% de mol de ítrio (3Y-TZP), granulada em spray-dryer contendo 3% em massa de ligante não especificado, fornecida comercialmente pela Tosoh Corporation sob código TZ-3YBE.
- compósito ATZ, contendo 20% de Al_2O_3 e 80% de ZrO_2 (3Y-TZP), (% em peso), granulada em spray-dryer contendo 3% em massa de ligante não especificado, fornecida comercialmente pela Tosoh Corporation sob código TZ-3Y20AB.

4.2 Caracterizações das matérias-primas

As matérias-primas foram caracterizadas como recebidas, quanto às fases cristalinas presentes, a presença de ligantes orgânicos, área de superfície específica (BET) e morfologia das partículas e aglomerados.

4.2.1 Difração de Raios X (DRX)

As matérias-primas cerâmicas, foram analisadas por difração de raios X (difratômetro BRUKER D-8 com radiação $\text{CuK-}\alpha$) para a identificação das fases cristalinas presentes.

4.2.2 Análise termogravimétrica (TG)

Os pós de ZrO_2 e ATZ foram submetidos à análise termogravimétrica para determinar o teor de ligante orgânico presente, sendo a análise realizada no equipamento Shimadzu, TGA 51 H com taxa de aquecimento de $1^\circ\text{C}/\text{min}$ e temperatura máxima de 800°C .

4.2.3 Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) dos pós e grânulos

As amostras foram analisadas quanto ao tamanho e morfologia dos grânulos, por microscopia eletrônica de varredura (MEV TM-3000 Hitachi), e quanto ao tamanho e morfologia das partículas, por microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (MEV-FEG JEOL – JSM 6710F).

4.3 Compactação dos materiais estudados

Os pós de alumina, zircônia e ATZ foram recebidos já granulados por spray-dryer, e contendo ligantes orgânicos, estando preparados para a compactação. Foram caracterizados quanto à fluidez e densidade solta, teor de ligantes e morfologia dos granulados.

4.3.1 Fluidez e densidade solta dos pós

Estes pós foram caracterizados quanto à fluidez e densidade solta (com a utilização do dispositivo Hall Flowmeter Acu Powder International, LLC, Figura 11, segundo a norma ASTM B 213-3 e B-873-01).

O ensaio consiste em cronometrar o tempo necessário para que 50g do pó escoe por um funil com geometria e dimensões normalizadas, e seja coletado em um recipiente de volume conhecido.

Medindo-se a massa do pó que preenche totalmente o recipiente de volume conhecido, obtêm-se a densidade solta do pó. Realizou-se três ensaios para cada material de modo a se ter um valor médio de fluidez e de densidade solta.

Figura 11 – Detalhes do dispositivo Hall Flowmeter Acu Powder International, LLC, utilizado neste estudo.

Fonte: Referência 40

4.3.2 Curvas de compactação dos pós

Os pós, na forma de cilindros com dimensões de 15 x 20 mm² foram compactados uniaxialmente a 50 MPa, sendo a seguir encapsulados com filme de látex e então compactados em prensa isostática a 69, 140, 207 e 310 Mpa. Foi medida a densidade a verde, que se atingiu sob estas diferentes pressões, 6 amostras para cada uma das condições especificadas foram produzidas.

4.4 Efeito do tratamento térmico nas características e propriedades dos materiais

Corpos de prova destes 3 materiais foram compactados uniaxialmente seguido por prensagem isostática a 200 Mpa. Amostras cilíndricas foram sinterizadas em dilatômetro e amostras com a geometria de barras (dimensões finais após sinterização em torno de 60x4x3 mm³), em uma média de 6 corpos de prova para cada material e cada condição, foram submetidos a tratamentos térmicos entre 800 °C e 1600 °C (todos com patamar de 60 minutos na temperatura máxima do tratamento, e taxas de aquecimento e resfriamento de 5°C/minuto).

Os corpos tratados termicamente foram avaliados quanto à densidade aparente, retração linear, e rugosidade superficial. Além disso, foram caracterizados quanto às suas propriedades mecânicas (módulo elástico, resistência à flexão, dureza Vickers e tenacidade à fratura) e microestrutura.

4.4.1 Curvas de densificação em dilatômetro

Amostras cilíndricas (ϕ 7 x 12 mm²) dos três diferentes materiais foram sinterizadas em dilatômetro (Netzsch DIL 402C) até 1600 °C com taxa de aquecimento e resfriamento de 10 °C/min.

4.4.2 Densidade aparente

Os corpos de prova tratados termicamente sob diferentes condições foram pesados em balança semi-analítica e medidos nas três dimensões com paquímetro e micrômetro digitais, calculando-se a densidade aparente (D.A.) dos mesmos pela relação: $D.A.(g/cm^3) = massa(g) / volume(cm^3)$

$$D.A. = \frac{m}{v} \quad (6)$$

Sendo:

$D.A.$ = densidade aparente (g/cm³)

m = massa do corpo (g), e

v = volume (cm³).

4.4.3 Retração linear

A partir das dimensões dos corpos de prova tratados termicamente, e comparando-se com as dimensões dos mesmos após a compactação (corpos a verde), obteve-se a retração linear (R.L.) em função da temperatura, com a relação:

$$R.L. = \left(\frac{(l_f - l_0)}{l_0} \right) \times 100 \quad (7)$$

Sendo:

$R.L.$ = retração linear (%)

l_f = dimensão final

l_0 = dimensão inicial

4.4.4 Rugosidade superficial (R_a)

Utilizando-se um rugosímetro MitutoyoSJ-201 figura 3, com a varredura de 2,4 mm, foram realizadas medições da rugosidade superficial dos materiais nas faces principais ($60 \times 4 \text{ mm}^2$) dos corpos de prova de seção retangular, sendo três medições por face nas extremidades e na região central do corpo de prova de modo que o valor médio da rugosidade para cada material (Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ) sob tratamento térmico entre 800°C e 1600°C foi a média de 36 medidas.

4.4.5 Módulo Elástico

O módulo de elasticidade (E) dos corpos de prova de Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ tratados termicamente entre 800°C e 1600°C , foi determinado por meio de um método dinâmico não destrutivo (ASTM E1876 – 15). Para tanto, foi utilizado o equipamento Grindosonic MK5, que capta a frequência de ressonância emitida pelo material excitado em um determinado modo de vibração. Os corpos ensaiados foram tratados termicamente, na forma de barras com seção retangular, medindo $60 \times 4 \times 3 \text{ mm}^3$. Foram ensaiados os corpos antes e após retificar (com rebolo diamantado e sob refrigeração) suas faces.

4.4.6 Resistência mecânica à flexão

Os corpos de prova na forma de barras dos materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ foram submetidos ao ensaio para a determinação do módulo elástico sob tratamento térmico de 800°C a 1600°C , cinco corpos para cada temperatura com suas faces retificadas e paralelas, foram caracterizados quanto à resistência mecânica pelo ensaio de flexão em três pontos, (figura 12) com $L = 40 \text{ mm}$ de

distância entre os apoios, largura $b = 4 \text{ mm}$ e espessura $d = 3 \text{ mm}$. A Equação 8 fornece o valor da tensão de ruptura σ_f :

$$\sigma_f = \frac{3.F.L}{2.b.d^2} \quad (8)$$

sendo:

F = força aplicada para a ruptura

b = largura do corpo de prova

L = distância entre os apoios

d = espessura do corpo de prova

Figura 12 – Ensaio de flexão em 3 pontos

Fonte: o autor

4.4.7 Dureza Vickers

Para determinação dos valores de dureza (H_V) e de tenacidade à fratura (K_{IC}) dos materiais estudados e tratados termicamente, utilizou-se o método da impressão Vickers em amostras previamente embutidas, lixadas e polidas em politriz (Buehler Motopol 2000), sequencialmente com suspensões de diamante de 45, 30, 15, 6 e 1 μm . O ensaio foi realizado utilizando um durômetro (Buehler VMT-7) com penetrador piramidal e carga de 100N. A equação 9 foi utilizada para o cálculo da dureza Vickers, a partir da medida das diagonais da impressão obtida com a indentação:

$$H_v = \frac{1,8544 \cdot P}{a^2} \quad (9)$$

Sendo P a carga aplicada em Newtons, e a o comprimento da diagonal da impressão Vickers, em metros. Em cada amostra foram realizadas ao menos cinco identações, tendo-se um valor médio do comprimento das diagonais.

4.4.8 Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura dos materiais tratados termicamente, expressa pelo fator de intensidade de tensão crítica (K_{IC}) em $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (Eq. 10), foi obtida pelo método da indentação Vickers, com a medida das trincas formadas a partir dos vértices da impressão piramidal. Utilizou-se o valor médio das trincas obtidas com as cinco identações realizadas em cada amostra.

A tenacidade à fratura dos materiais tratados termicamente, expressa pelo fator de intensidade de tensão crítica (K_{IC}) em $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ utilizando a equação proposta por Anstis et. al ^[41]. (Eq. 10), foi obtida pelo método da indentação Vickers, com a medida das trincas formadas a partir dos vértices da impressão piramidal. Utilizou-se o valor médio das trincas obtidas com as cinco identações realizadas em cada amostra.

$$K_{IC} = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{H_v} \right)^{1/2} \cdot \frac{P}{c^{3/2}} \quad (10)$$

Sendo c o comprimento da trinca gerada pela indentação somada à semi-diagonal da impressão Vickers em metros, E o Módulo de Elasticidade e H_v dureza Vickers, ambos em GPa. A (figura 13) indica as dimensões utilizadas para os cálculos da dureza Vickers e da tenacidade à fratura.

Figura 13 – Identação Vickers indicando a semi-diagonal **a**, o comprimento da trinca **l**, e a dimensão **c**, que é o comprimento da trinca somado à semi-diagonal da impressão.

Fonte: o autor

4.4.9 Análise microestrutural

Amostras dos corpos de prova tratados termicamente a partir de 1400 °C foram cortados com disco de diamante, sob refrigeração, em uma cortadeira Isomet 2000, embutidas em resina com a face cortada exposta, sendo desbastada e lixada com pó de SiC, e posteriormente polida em politriz automática (Buehler Motopol 2000) utilizando-se sequencialmente suspensões de diamante com granulometria 30, 15, 9, 6 e 1 μm. Após o polimento as amostras foram atacadas termicamente por 15 minutos em temperatura de 80% da utilizada para o tratamento térmico inicial. Por fim foram recobertas com uma fina camada de ouro para posterior observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV).

4.5 Ensaios de usinagem

Os ensaios de usinagem de corpos cerâmicos a verde ou parcialmente sinterizados foram realizados em uma fresadora CNC Sherline, modelo 4410, de baixo custo, Figura 14, operada com o auxílio do software Mach 3, utilizando-se inicialmente a ferramenta diamantada KG Sorensen 3098, Figura 15, para

produzir canais nos blocos como os apresentados na Figura 16. Foi utilizada uma ferramenta para cada bloco, de modo a evitar que o desgaste da ferramenta influenciasse na qualidade da usinagem. Para todos os ensaios os parâmetros de usinagem variados foram o avanço da ferramenta (mm/min), a profundidade de corte (mm) e a rotação da ferramenta (RPM). Para os corpos a verde variou-se também a pressão de compactação isostática. Já para os corpos parcialmente sinterizados, além dos parâmetros de usinagem, variou-se a temperatura de sinterização parcial, avaliando-se também o efeito da refrigeração/lubrificação com jato de água, que além de refrigerar/lubrificar a ferramenta, retira os debrís produzidos.

Figura 14 – Fresadora de bancada Sherline 4410

Fonte: o autor

Figura 15 – Ferramenta diamantada KG Sorensen 3098 (1mm)

Fonte: <https://www.kgsorensen.com.br/produtos-kg/ponta-diamantada-topo-plano-fg-3098-kg-sorensen>

Figura 16 – Exemplo de corpos de prova prensados (a), parcialmente sinterizado (b) e usinados (c)

Fonte: o autor

Para cada condição de usinagem testada, foram usinados ao menos cinco canais. Foi avaliada a qualidade da usinagem obtida por meio da medida da rugosidade da superfície usinada. Além da rugosidade produzida, analisou-se qualitativamente o esboroamento e a integridade das arestas produzidas, por meio de microscópio óptico.

Para medir a rugosidade superficial (R_a) utilizou-se o rugosímetro Mitutoyo SJ-201. A integridade das arestas foi observada em microscópio eletrônico de varredura do modelo MEV TM-3000 Hitachi.

Considerando a existência de diversos parâmetros que interferem no processo, foi planejada a realização de experimentos para determinar as melhores condições do processo de usinagem a partir de um número reduzido de ensaios. Para o planejamento experimental em questão, aplicou-se o método de Taguchi, que vem se mostrando, com já dito, muito eficiente e robusto para estudos de usinagem. Foi utilizado o software Minitab 17 com o arranjo ortogonal L9, para avaliar quatro fatores com três níveis para cada, sendo três fatores relacionados aos parâmetros de usinagem já citados, com o quarto fator sendo a pressão de compactação isostática, para os corpos a verde, ou a temperatura de tratamento térmico para os corpos parcialmente sinterizados. A análise dos resultados permite a identificação das melhores condições de usinagem, ou seja, o conjunto de valores relacionados aos respectivos fatores avaliados que propiciam uma usinagem com a menor rugosidade possível dentro do universo analisado.

4.5.1 Usinagem de blocos de alumina a verde

Os primeiros ensaios de usinagem foram realizados com blocos de alumina a verde, com dimensão $40 \times 15 \times 5 \text{ mm}^3$. Os corpos foram compactados uniaxialmente a 70 MPa , encapsulados sob vácuo em um filme polimérico, e por fim, prensados isostaticamente sob diferentes pressões: 100, 200 e 310 MPa .

Cabe salientar que os corpos compactados sob diferentes pressões apresentaram distintos valores de densidade a verde e, portanto, diferentes valores de resistência mecânica, o que interfere na qualidade da usinagem. O mesmo paralelo pode ser feito com relação aos corpos tratados termicamente em diferentes temperaturas: no estágio inicial da sinterização as partículas se soldam umas às outras, no fenômeno conhecido como a formação de pescoço entre as partículas; com o aumento da temperatura de tratamento térmico a solda entre estas partículas vai aumentando, aumentando também a resistência

mecânica do compactado, interferindo, portanto, no seu comportamento quando submetido à usinagem.

4.5.2 Usinagem de blocos de alumina parcialmente sinterizadas

Blocos de alumina com dimensão 40 x 15 x 5 mm³, compactados isostaticamente a 200 MPa foram tratados sob diferentes temperaturas: a 1000, 1100 e 1200 °C, com taxa de aquecimento e resfriamento de 5 °C/minuto e patamar de uma hora. Dessa forma variou-se o grau de soldagem entre as partículas do compactado e, portanto, seu comportamento sob usinagem.

Os ensaios de usinagem dos corpos sinterizados parcialmente foram realizados com e sem a aplicação de jato de água, de modo a se avaliar o efeito da refrigeração e lubrificação na qualidade da usinagem obtida.

Os fatores empregados nestes ensaios de usinagem, e os seus respectivos níveis, para os blocos de alumina a verde e para os parcialmente sinterizados foram os três relacionados diretamente com a usinagem, sendo o quarto parâmetro a pressão de compactação (para os corpos a verde) ou a temperatura do tratamento térmico (para os parcialmente sinterizados):

1- avanço da ferramenta (mm/min):	25	50	100
2- profundidade de corte (mm):	0,1	0,25	0,40
3- rotação da ferramenta (rpm):	1600	2200	2800
4a- Pressão isostática (MPa):	100	200	300
4b- Tratamento térmico (°C)	900	1100	1200

Nas Tabelas 1 e 2 são apresentados, respectivamente, a sequência de experimentos de usinagem para os blocos de alumina a verde e de alumina parcialmente sinterizados, definidos com a aplicação do Método de Planejamento Experimental de Taguchi, com arranjo ortogonal L9, 4 fatores e 3 níveis.

Tabela 1 - Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina a verde

Ensaio	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	P. isostática (MPa)
1	25	0,1	1600	100
2	25	0,25	2200	200
3	25	0,4	2800	300
4	50	0,1	2800	200
5	50	0,25	1600	300
6	50	0,4	2200	100
7	100	0,1	2200	300
8	100	0,25	2800	100
9	100	0,4	1600	200

Fonte: o autor

Tabela 2 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina parcialmente sinterizados.

Ensaio	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura (°C)
1	25	0,1	1600	1000
2	25	0,25	2200	1100
3	25	0,4	2800	1200
4	50	0,1	2800	1100
5	50	0,25	1600	1200
6	50	0,4	2200	1000
7	100	0,1	2200	1200
8	100	0,25	2800	1000
9	100	0,4	1600	1100

Fonte: o autor

O conjunto de experimentos apresentado na Tabela 2 foi realizado com e sem a aplicação da refrigeração/lubrificação com jato de água.

4.5.3 Usinagem de blocos de zircônia parcialmente sinterizadas

Um novo conjunto de experimentos de usinagem de canais foi realizado com blocos de zircônia parcialmente sinterizadas. Nesses experimentos utilizou-se os mesmos fatores que os utilizados para a alumina, mas com níveis diferentes. Estas novas condições são apresentadas na Tabela 3 e, de modo semelhante aos experimentos com a alumina, foram definidas aplicando-se o Método de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com quatro fatores e três níveis.

Definiu-se valores maiores para o avanço (entre 50 e 200 mm/min, ao passo que para a alumina aplicou-se entre 25 e 100 mm/min), e para a

profundidade da ferramenta (entre 0,25 e 0,75 mm, quando para a alumina a faixa avaliada foi de 0,1 a 0,4 mm). Para a rotação da ferramenta a faixa de valores avaliada foi mais ampla, entre 800 e 2800 rpm (no caso da alumina foi de 1600 a 2800 rpm). Por último, como a zircônia é mais reativa que a alumina, ou seja, inicia sua sinterização (com a formação de pescoço) em temperaturas mais baixas, (como pode ser constatado pelas curvas de densificação e retração linear), optou-se por avaliar a qualidade da usinagem em blocos tratados a 800, 900 e 1000 °C, enquanto que para a alumina estas temperaturas foram de 1000, 1100 e 1200 °C. Manteve-se o patamar de uma hora e as taxas de aquecimento e resfriamento em 5 °C/minuto. O conjunto de ensaios também foi realizado com e sem refrigeração

Tabela 3 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de zircônia parcialmente sinterizados

Ensaio	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura (°C)
1	50	0,25	800	800
2	50	0,5	1800	900
3	50	0,75	2800	1000
4	100	0,25	1800	1000
5	100	0,5	2800	800
6	100	0,75	800	900
7	200	0,25	2800	900
8	200	0,5	800	1000
9	200	0,75	1800	900

Fonte: o autor

4.5.4 Usinagem, sob condições severas, de blocos de alumina, de zircônia e de ATZ, parcialmente sinterizados.

Por fim, foram realizados ensaios de usinagem para corpos de Al_2O_3 , de ZrO_2 e de ATZ sob condições mais severas de usinagem, particularmente no que se refere à profundidade e à rotação da ferramenta, sendo esta última limitada a 2800 rpm pelas características da fresadora. Com isso procurou-se avaliar a possibilidade de se usinar corpos cerâmicos em tempos consideravelmente menores, com a manutenção de resultados aceitáveis de rugosidade superficial e integridade das arestas. Para reduzir o tempo destas usinagens utilizou-se também uma ferramenta diamantada de diâmetro maior, de 3 mm, produzida pela Master Diamond, figura 17. Os níveis empregados foram:

1- avanço da ferramenta (mm/min):	75	100	125
2- profundidade de corte (mm):	1	1,5	2
3- rotação da ferramenta (rpm):	2200	2500	2800
4- Tratamento térmico ($^{\circ}\text{C}$)	900	1000	1100

Figura 17 - Ferramenta diamantada de diâmetro de 3 mm (a), produzida pela Master Diamond (para comparação apresenta-se também a ferramenta diamantada de 1 mm produzida pela KG Sorensen 3098 (b), utilizada nos ensaios anteriores).

Fonte: o autor

Na Tabela 4 são apresentados os experimentos de usinagem para os blocos dos três materiais estudados, parcialmente sinterizados, definidos também com a aplicação do Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis. Para estes experimentos aplicou-se a refrigeração/lubrificação.

Tabela 4 – Experimentos de usinagem definidos com o Método de Planejamento Experimental de Taguchi, arranjo ortogonal L9, com 4 fatores e 3 níveis, para blocos de alumina, zircônia e ATZ, parcialmente sinterizados

Ensaio	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura (°C)
1	75	1,0	2200	900
2	75	1,5	2500	1000
3	75	2,0	2800	1100
4	100	1,0	2800	1000
5	100	1,5	2200	1100
6	100	2,0	2500	900
7	125	1,0	2500	1100
8	125	1,5	2800	900
9	125	2,0	2200	1000

Fonte: o autor

De forma semelhante aos procedimentos anteriores, a partir dos resultados de rugosidade obtidos, utilizou-se o Método de Taguchi se determinar as melhores condições de usinagem para estes materiais, com o equipamento e a ferramenta utilizados.

A partir das condições mais adequadas de usinagem, foi possível, com os três materiais, usinar diversas peças com geometrias complexas, como os rotores de bombas de água.

5 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir serão apresentados e discutidos os resultados obtidos neste trabalho quanto à caracterização das matérias-primas, o comportamento das mesmas durante a compactação e, quando submetidas a diferentes tratamentos térmicos. Finalmente serão apresentados os resultados obtidos com a usinagem dos materiais sob as diferentes condições empregadas, e algumas peças produzidas.

5.1 Caracterização das matérias-primas

Na Figura 18 são apresentados os difratogramas de raios x da alumina, da zircônia e da ATZ. Tem-se, como esperado, a alumina na fase alfa, sendo a zircônia preponderantemente estabilizada na fase tetragonal - com pequena fração de fase monoclinica -, e a ATZ mostrando a mistura entre a zircônia - também preponderantemente tetragonal - e a alumina alfa.

Figura 18 – Difratograma de raios X dos pós de Al_2O_3 , ATZ e ZrO_2 .

Fonte: o autor

Na Tabela 5 são apresentados os valores de área de superfície específica das matérias-primas, como recebidas.

Tabela 5 – Superfície específica das matérias-primas estudadas

Matéria-prima	Alumina	Zircônia	ATZ
BET (m ² /g)	4,2	15,3	8,0

Tabela 6 – Fluidez, densidade solta e densidade batida dos pós estudados.

	Fluidez (segundos)	Densidade solta (% Dens. Teórica)
alumina	70,0	27,9
zircônia	61,6	26,1
ATZ	61,7	26,6

As matérias-primas zircônia e ATZ foram submetidas à análise termogravimétrica com o objetivo de se determinar o percentual de aditivos orgânicos presentes. Na figura 19 são apresentadas as curvas de perda de massa obtidas, podendo-se assim constatar que a zircônia e a ATZ possuem em torno de 3% de aditivos orgânicos que são totalmente eliminados por volta de 450°C. Observa-se também que, pela semelhança dos perfís das curvas, a composição da fase orgânica, formada por um ou mais componentes, seja a mesma.

Figura 19 – Curvas de análise termogravimétrica para a zircônia e a ATZ

Fonte: o autor

Na Figura 20 são apresentadas micrografias de MEV dos pós granulados em spray-dryer, como recebidos. Ressalta-se que a micrografia mostrando o granulado de alumina foi obtida com aumento duas vezes maior que as obtidas para os outros materiais. Além de serem maiores, os grânulos de alumina apresentam mais defeitos típicos de condições de secagem não adequadas, ou seja, há formação de furos no grânulo.

Figura 20 – Micrografias obtidas por microscopia eletrônica de varredura MEV dos pós grânulos da alumina (a), da zircônia (b) e da ATZ (c).

(a)

(b)

(b)

Fonte: o autor

Na figura 21 tem-se as micrografias dos pós de zircônia e de ATZ. As partículas são sub-micrométricas, e com distribuição de tamanhos estreita.

Figura 21 – Partículas das matérias-primas estudadas, observadas por MEV-FEG; a) Zircônia, b) ATZ

5.2 Compactação dos pós estudados

Observa-se na Figura 22, o efeito da pressão de compactação isostática na densidade a verde dos materiais estudados. Considerando-se as densidades teóricas dos materiais ($3,98 \text{ g/cm}^3$ para alumina, $6,08 \text{ g/cm}^3$ para zircônia tetragonal e $5,50 \text{ g/cm}^3$ para a ATZ) tem-se que a alumina apresenta maior densidade relativa para todas as pressões de compactação avaliadas. Esse comportamento é seguido pela ATZ, e uma forma intermediária, e pela zircônia, que atinge menores valores de densidade relativa. Constatou-se que há uma relação, muito próxima à linear entre a pressão de compactação e a densidade relativa na faixa de pressões empregada, de 69 a 310 MPa. O ajuste à reta, avaliado pelo coeficiente de determinação R^2 , fornece um valor maior que 0,99 para o caso da zircônia e da ATZ, e de 0,97 para a alumina. Observa-se ainda que o coeficiente angular das retas, ou seja, suas inclinações, são muito semelhantes: 0,033 para a alumina, 0,032 para a ATZ e 0,028 para a zircônia.

Figura 22 – Variação da densidade relativa com a pressão de compactação isostática para a alumina, zircônia e ATZ estudadas.

Fonte: o autor

Tais dados podem ser observados com detalhes na Tabela 7.

Tabela 7 - Variação da densidade relativa com a pressão de compactação isostática para a alumina, zircônia e ATZ estudadas

Pressão de Compactação (MPa)	Densidade Relativa (% densidade teórica)		
	Al ₂ O ₃	ZrO ₂	ATZ
69	54,6 ± 0,4	46,9 ± 0,5	50,18 ± 0,8
138	58,1 ± 0,8	49,2 ± 0,7	52,1 ± 0,6
207	60,2 ± 0,5	51 ± 0,4	54,1 ± 0,5
310	62,7 ± 0,3	53,7 ± 0,6	58,2 ± 0,7

Fonte: o autor

5.3 Tratamento térmico dos materiais

5.3.1 Sinterização assistida por dilatômetro

Na figura 23 são apresentadas as curvas de retração linear para os três materiais estudados, obtidos com a sinterização assistida por dilatômetro. Os corpos de prova dos materiais, na forma de cilindros de $\phi 7 \times 10 \text{ mm}^2$, compactados a 200 Mpa, foram aquecidos a uma taxa de $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{minuto}$.

A zircônia apresenta maior retração linear e densificação em menores temperaturas, enquanto a alumina sofre a menor retração, e em temperaturas maiores. A ATZ apresenta um comportamento intermediário, mas mais próximo ao da zircônia, já que é composta por 80% em peso deste material.

Os resultados de retração linear a seguir, obtidos com os corpos tratados em diferentes temperaturas, mostrarão comportamento semelhante a este.

Figura 23 – Curvas de retração linear obtidas com o tratamento térmico em dilatômetro para os materiais estudados.

Fonte: o autor

5.3.2 Retração linear

Os corpos de prova, na forma de barras, compactados isostaticamente a 200 MPa, foram tratados termicamente entre 800 e 1600 °C (ao menos 5 corpos para cada condição), avaliando-se a retração linear, a densidade aparente, a rugosidade superficial (r_a) e o módulo elástico em função da temperatura empregada.

Avaliou-se, com o emprego de paquímetro e micrômetro, a retração linear experimentada no comprimento, largura e espessura para os três materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ em função da temperatura empregada (figura 24, 25 e 26 respectivamente). Na figura 27 são comparadas as retrações lineares no comprimento para os três materiais estudados. Os valores de retração obtidos indicam que as retrações nas três dimensões são muito similares, como era de se esperar, sendo que a alumina foi a que apresentou menor retração absoluta (em torno de 15%, ao passo que os demais atingiram 20% de retração), além de ser necessário maiores temperaturas para que sua retração ocorresse, coerente com os resultados obtidos com o ensaio no dilatômetro. Observa-se também o comportamento intermediário do ATZ. Deve-se considerar que os corpos de prova tratados termicamente foram mantidos nas respectivas temperaturas de tratamento por patamar de 1 hora, e por isso devem apresentar retração mais acentuada que a obtida no dilatômetro. Isso fica mais evidenciado para o caso da alumina; já a zircônia e o ATZ atingiram, de acordo com as curvas obtidas no dilatômetro, uma estabilização na retração linear antes de se atingir a máxima temperatura, numa indicação que o patamar na máxima temperatura, a partir de 1500 °C terá mínimo efeito na densificação.

Figura 24 – retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material Al_2O_3

Fonte: o autor

Figura 25 – Retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ZrO_2

Fonte: o autor

Tabela 8 - retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material Al_2O_3

Temperatura °C	Al_2O_3		
	Retração Linear (%)		
	Comprimento	Largura	Espessura
800	$0,17 \pm 0,19$	$-0,60 \pm 0,44$	$-1,78 \pm 0,47$
900	$0,29 \pm 0,15$	$-0,34 \pm 0,31$	$-0,41 \pm 1,35$
1000	$0,07 \pm 0,18$	$-0,74 \pm 0,35$	$0,62 \pm 0,36$
1100	$0,07 \pm 0,07$	$-0,51 \pm 0,48$	$1,03 \pm 0,54$
1200	$0,77 \pm 0,21$	$0,43 \pm 0,95$	$2,19 \pm 1,99$
1300	$3,63 \pm 0,14$	$3,16 \pm 0,17$	$4,86 \pm 1,05$
1400	$8,57 \pm 0,1$	$9,03 \pm 0,13$	$11,50 \pm 1,64$
1450	$10,98 \pm 0,03$	$9,86 \pm 0,35$	$10,81 \pm 0,12$
1500	$12,84 \pm 0,37$	$14,36 \pm 0,53$	$12,46 \pm 0,31$
1550	$13,49 \pm 0,09$	$15,56 \pm 0,34$	$17,18 \pm 0,43$
1600	$14,03 \pm 0,18$	$15,01 \pm 0,18$	$15,13 \pm 0,63$

Fonte: o autor

Tabela 9 - retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ZrO_2

Temperatura °C	ZrO_2		
	Retração Linear (%)		
	Comprimento	Largura	Espessura
800	$-0,60 \pm 0,06$	$-0,69 \pm 1,36$	$-1,52 \pm 0,24$
900	$-0,49 \pm 0,32$	$-0,60 \pm 0,15$	$-1,45 \pm 1,78$
1000	$-0,20 \pm 0,05$	$-1,43 \pm 0,1$	$-2,35 \pm 0,24$
1100	$1,08 \pm 0,03$	$0,29 \pm 0,5$	$0,55 \pm 1,6$
1200	$7,96 \pm 0,2$	$8,18 \pm 1,75$	$8,30 \pm 0,21$
1300	$17,53 \pm 0,16$	$16,87 \pm 0,3$	$15,84 \pm 0,96$
1400	$19,74 \pm 0,08$	$19,44 \pm 0,26$	$19,09 \pm 0,75$
1450	$20,06 \pm 0,09$	$19,27 \pm 0,35$	$20,40 \pm 0,63$
1500	$19,97 \pm 0,07$	$19,90 \pm 0,15$	$20,82 \pm 0,43$
1550	$19,97 \pm 0,07$	$19,38 \pm 0,86$	$19,16 \pm 0,31$
1600	$19,97 \pm 0,1$	$20,04 \pm 0,13$	$19,36 \pm 0,32$

Fonte: o autor

Figura 26 – retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ATZ.

Fonte: o autor

Figura 27 – Comparação da retração linear no comprimento em função da temperatura de tratamento térmico dos materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.

Fonte: o autor

Tabela 10 - Retração linear em função da temperatura de tratamento térmico do material ATZ

Temperatura °C	ATZ		
	Retração Linear (%)		
	Comprimento	Largura	Espessura
800	-0,17 ± 0,02	-0,17 ± 0,15	1,88 ± 1,15
900	0,10 ± 0,12	-0,34 ± 0,15	1,82 ± 0
1000	0,36 ± 0,09	0,17 ± 0,14	1,94 ± 1,9
1100	3,68 ± 0,2	2,87 ± 0,28	5,58 ± 0,6
1200	9,76 ± 0,1	8,66 ± 0,13	11,82 ± 0,65
1300	15,35 ± 0,07	14,59 ± 0,13	16,79 ± 0,8
1400	18,45 ± 0,06	18,40 ± 0,74	20,79 ± 0,91
1450	18,75 ± 0,05	19,63 ± 0,2	21,33 ± 0,52
1500	18,95 ± 0,17	20,12 ± 0,25	21,15 ± 0,73
1550	18,74 ± 0,16	19,66 ± 0,42	20,79 ± 0,45
1600	18,63 ± 0,09	19,66 ± 0,3	20,97 ± 0,37

Fonte: o autor

5.3.3 Densidade aparente

Na figura 28 observa-se a evolução da densidade aparente em função da temperatura, e na figura 29 tem-se a variação da densidade relativa com a temperatura. Considerando-se que a 800°C não ocorreu nenhuma densificação, constata-se que a alumina atinge até 60% de sua densidade teórica com a compactação, ao passo que a zircônia atinge 50% e a ATZ, 55%, como demonstrado na figura 29. A densificação da alumina irá ocorrer em temperaturas mais elevadas: enquanto a zircônia e a ATZ atingem praticamente 100% da densidade teórica com a temperatura de 1400 °C, a alumina só atingirá

este valor com a temperatura de 1600 °C. Estes dados estão em concordância com as curvas obtidas com o dilatômetro e, evidentemente, com as curvas de retração linear apresentadas acima.

Figura 28 – Densidade aparente em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.

Fonte: o autor

Tabela 11 - Densidade aparente em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.

Temperatura °C	Densidade Aparente (g/cm ³)		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
800	2,48 ± 0,6	3,03 ± 0,03	2,97 ± 0,05
900	2,44 ± 0,07	3,12 ± 0,02	2,95 ± 0,01
1000	2,40 ± 0,03	3,07 ± 0,03	3,00 ± 0,04
1100	2,52 ± 0,01	3,22 ± 0,06	3,27 ± 0,05
1200	2,59 ± 0,03	4,09 ± 0,12	4,03 ± 0,08
1300	2,83 ± 0,04	5,55 ± 0,64	4,88 ± 0,07
1400	3,36 ± 0,05	6,03 ± 0,1	5,50 ± 0,07
1450	3,46 ± 0,04	6,10 ± 0,04	5,55 ± 0,06
1500	3,71 ± 0,12	6,10 ± 0,11	5,55 ± 0,08
1550	3,92 ± 0,09	5,98 ± 0,06	5,61 ± 0,07
1600	3,99 ± 0,05	6,10 ± 0,08	5,61 ± 0,08

Fonte: o autor

Figura 29 – Densidade teórica em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ.

Fonte: o autor

Tabela 12 - Densidade teórica em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Temperatura °C	Densidade Relativa (% D.T.)		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
800	$62,26 \pm 1,41$	$49,75 \pm 0,6$	$53,98 \pm 0,1$
900	$61,24 \pm 1,8$	$51,24 \pm 0,32$	$53,66 \pm 0,3$
1000	$60,38 \pm 0,81$	$50,42 \pm 0,52$	$54,63 \pm 0,8$
1100	$63,33 \pm 0,3$	$53,01 \pm 1,1$	$59,37 \pm 0,84$
1200	$65,05 \pm 0,83$	$67,31 \pm 2,05$	$73,19 \pm 1,53$
1300	$71,11 \pm 1,05$	$91,33 \pm 1,07$	$88,74 \pm 1,23$
1400	$84,31 \pm 1,3$	$99,10 \pm 1,75$	$99,99 \pm 1,37$
1450	$86,85 \pm 1,18$	$100,36 \pm 0,72$	$100,94 \pm 1,44$
1500	$93,24 \pm 3,02$	$100,40 \pm 1,84$	$100,88 \pm 1,5$
1550	$98,48 \pm 2,3$	$98,32 \pm 1,08$	$101,92 \pm 1,42$
1600	$100,31 \pm 1,3$	$100,26 \pm 1,36$	$101,91 \pm 1,3$

Fonte: o autor

5.3.4 Rugosidade superficial

A Figura 30 ilustra como a rugosidade superficial (r_a) dos corpos de prova é afetada pela temperatura de tratamento térmico. Enquanto para a zircônia a rugosidade média é menor em toda a faixa de temperatura avaliada (r_a entre 0,7 e 0,6 μm), a ATZ apresenta a rugosidade mais elevada em 800 °C (r_a em torno de 1,4 μm), com uma leve tendência a redução deste valor até chegar à temperatura de 1400 °C (quando atinge sua máxima densidade) apresentando então uma forte redução até atingir r_a de 0,6 μm . Já o padrão de rugosidade para a alumina indica uma redução linear da mesma com o aumento da temperatura, entre 800 e 1100 °C, com uma tendência a aumentar até 1500 °C, quando atinge densidade acima de 90% da densidade teórica, ocorrendo, a partir disso, uma

redução da rugosidade com o aumento da densificação. O que pode explicar o comportamento de redução da rugosidade da alumina entre 800 e 1100 °C, não é, evidentemente, a mudança na porosidade, já que nesta faixa de temperatura não há retração ou densificação, mas a formação de pescoço entre as partículas que faz com que se soldem umas às outras, evitando o deslocamento de partículas com o movimento da ponta do rugosímetro. No entanto não se explica o porquê da rugosidade tão baixa da alumina a 1100 °C, altamente porosa, bem menor que a da alumina densa. Também é preciso explicar o aumento da rugosidade nas temperaturas maiores que 1100 °C. Este é um tema que deverá ser melhor explorado, possivelmente com o auxílio da porosimetria de mercúrio. Como será visto posteriormente, na faixa entre 800 e 1100 °C, a alumina apresenta um comportamento semelhante também no que se refere ao módulo elástico.

De todo modo, para os corpos com alta densidade, a rugosidade da zircônia e da ATZ se aproxima de 0,6 μm , enquanto a da alumina é bem mais alta, de 1,3 μm .

Figura 30 – Rugosidade em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Fonte: o autor

5.4 Propriedades mecânica

5.4.1 Módulo Elástico

Nas figuras a seguir são apresentados os valores médios de módulo elástico dos materiais estudados em função da temperatura de tratamento térmico e, portanto, da densidade aparente e porosidade dos mesmos. O tema relacionado às propriedades mecânicas de cerâmicas porosas vem sendo estudado há décadas, envolvendo, além da porosidade em si, o tamanho, geometria e interconectividade dos poros [42- 45].

Diversos modelos vêm sendo propostos ao longo destes anos, resultando em equações como as que segue:

- segundo o modelo proposto por Spriggs^[46]

$$E = E_0 \exp[-bP] \quad (11)$$

- segundo o modelo proposto por Wagh, Poeppel e Singh^[47]

$$E = E_0(1 - P)^m \quad (12)$$

Sendo E_0 o módulo elástico do material totalmente denso, isento de poros, P a porosidade, e b e m constantes.

De um modo geral, os modelos indicam que há uma redução do módulo elástico com a presença de poros. Dito de outra forma, conforme ocorre a densificação e a redução da porosidade, deve haver um aumento no módulo elástico. Dessa forma, espera-se que no estágio intermediário da sinterização, quando ocorre uma redução significativa da porosidade, o módulo elástico aumenta com a temperatura de tratamento térmico.

Buscou-se avaliar se o procedimento de retificação das faces das barras interfere nos resultados obtidos. A Figura 31 ilustra os resultados obtidos com os corpos de prova antes da etapa de retífica de suas faces, e na Figura 32, os resultados após a retífica. Nas figuras seguintes, 33, 34 e 35, são apresentadas as curvas para cada um dos materiais, comparando-se o efeito da retífica.

Observa-se que, de um modo geral, a etapa de retífica dos corpos de prova não promoveu mudanças nos valores do módulo elástico obtido, a menos

do comportamento da ATZ a 1200 °C e principalmente, da zircônia a 1300°C. Estas medidas, em particular, foram refeitas, sendo que não se encontrou uma explicação para este comportamento, já que a hipótese da introdução de defeitos com a retífica não poderia provocar o aumento do módulo elástico. Estes possíveis defeitos, por outro lado, iriam interferir nos resultados das propriedades mecânicas que serão apresentadas a seguir, e isso não foi observado durante as análises das propriedades mecânicas dos materiais.

Pode-se dividir as curvas obtidas em três regiões distintas: a faixa inicial, de baixa temperatura, quando se observa o aumento do módulo elástico com a temperatura; a seguir, em uma faixa de temperaturas intermediária quando o módulo elástico apresenta uma queda brusca e, por fim, a faixa de altas temperaturas, quando o valor do módulo elástico volta a subir.

Analisando o comportamento observado no caso da alumina: há uma primeira faixa de temperaturas, de 800°C a 1100°C, em que se observa um aumento próximo ao linear do módulo elástico. Nesta faixa de temperatura, como já citado no caso da rugosidade, há a formação de pescoço entre as partículas, o que explica o aumento do módulo elástico. Em seguida, há uma queda brusca deste módulo, também linear, entre 1100°C e 1300°C, e novamente um aumento linear do módulo elástico entre 1300°C e 1550°C. Se considerar os modelos descritos na literatura, relacionando o módulo elástico com a porosidade, não seria possível explicar o aumento inicial do módulo elástico (que foi explicado pela formação de pescoço), e nem explicar esta redução brusca, justamente na faixa de temperaturas em que se inicia a redução da porosidade.

Considerando-se os valores do módulo elástico obtidos sem a retífica dos corpos de prova, observa-se um comportamento semelhante ao da alumina para a zircônia. Neste caso o aumento do módulo elástico ocorre na faixa entre 800 e 1200 °C; a seguir há a queda do valor, de 1200 para 1300 °C, e uma retomada mais discreta até a temperatura de 1600°C. Apesar dos ruídos nas temperaturas iniciais, a ATZ teria um comportamento semelhante.

Se a explicação da formação de pescoço pode justificar o aumento do módulo elástico no caso da alumina, entre 800 e 1100 °C, para a zircônia a faixa de temperatura ultrapassa a de formação de pescoço, que ocorre até 1000 °C;

a partir desta temperatura e até 1200 °C já há uma considerável redução da porosidade, que também contribuiria para o aumento do módulo elástico. No entanto, novamente, assim como para a alumina, não se tem uma explicação para a queda do módulo elástico. O mesmo raciocínio vale para o comportamento da ATZ. A última região da curva, de alta temperatura, tem coerência com o modelo citado acima, que prevê o aumento do módulo elástico em função da redução da porosidade. Por fim tem-se que os valores de módulo elástico obtidos para os materiais densos estão próximos aos valores típicos destes materiais, em torno de 400 GPa para a alumina, 250 GPa para a zircônia 3Y-TZP, e 300 GPa para a ATZ. ^[48]

Figura 31 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ sem retificação das amostras

Fonte: o autor

Tabela 13 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ sem retificação das amostras

Temperatura °C	Módulo Elástico (GPa) sem retifica		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
800	244,63 ± 8,81	164,13 ± 3,93	288,40 ± 3,63
900	270,47 ± 8,3	202,22 ± 6,44	371,58 ± 9,86
1000	348,42 ± 4,6	279,55 ± 5,1	162,75 ± 2,32
1100	454,72 ± 15,1	422,85 ± 17,5	322,62 ± 7,5
1200	296,83 ± 14,5	479,68 ± 9,22	382,98 ± 48,6
1300	112,02 ± 6,5	197,60 ± 7,37	214,30 ± 2,94
1400	261,80 ± 12,34	253,18 ± 4,35	282,65 ± 8,76
1450	293,30 ± 7,62	247,12 ± 4,25	304,68 ± 11,01
1500	359,38 ± 14,35	262,72 ± 4,2	318,40 ± 10,36
1550	430,85 ± 14,1	254,90 ± 3,27	300,87 ± 13,7
1600	429,35 ± 14,2	267,52 ± 4,17	298,00 ± 5,7

Fonte: o autor

Figura 32 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ com as amostras retificadas

Fonte: o autor

Tabela 14 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ com as amostras retificadas

Temperatura °C	Módulo Elástico (GPa) com retífica		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
800	274,80 ± 17,71	391,24 ± 19,7	375,12 ± 15,8
900	318,80 ± 13,55	289,02 ± 26,34	467,24 ± 11,02
1000	365,40 ± 14,52	386,02 ± 31,39	210,08 ± 9,07
1100	462,20 ± 9,8	572,50 ± 75,9	362,92 ± 7,12
1200	62,39 ± 3,69	510,12 ± 39,65	134,02 ± 5,17
1300	127,73 ± 4,34	694,67 ± 92,91	227,37 ± 8,6
1400	275,63 ± 7,98	262,83 ± 6,42	326,10 ± 11,42
1450	317,50 ± 16,22	269,65 ± 10,34	315,90 ± 5,83
1500	379,15 ± 32,01	284,33 ± 32,08	301,70 ± 12,32
1550	427,27 ± 17,37	328,83 ± 42,15	320,02 ± 13,30
1600	443,33 ± 23,58	266,67 ± 15,82	325,08 ± 9,48

Fonte: o autor

Figura 33 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 : efeito da retífica dos corpos de prova

Fonte: o autor

Tabela 15 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a Al_2O_3 : efeito da retífica dos corpos de prova

Temperatura °C	Al_2O_3	
	Módulo Elástico (GPa)	
	c/retífica	s/retífica
800	274,80 ± 17,71	244,63 ± 8,81
900	318,80 ± 13,55	270,47 ± 8,3
1000	365,40 ± 14,52	348,42 ± 4,6
1100	462,20 ± 9,8	454,72 ± 15,1
1200	62,39 ± 3,69	296,83 ± 14,5
1300	127,73 ± 4,34	112,02 ± 6,5
1400	275,63 ± 7,98	261,80 ± 12,34
1450	317,50 ± 16,22	293,30 ± 7,62
1500	379,15 ± 32,01	359,38 ± 14,35
1550	427,27 ± 17,37	430,85 ± 14,1
1600	443,33 ± 23,58	429,35 ± 14,2

Fonte: o autor

Figura 34 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ATZ: efeito da retifica dos corpos de prova

Fonte: o autor

Tabela 16 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ATZ: efeito da retifica dos corpos de prova

Temperatura °C	ATZ	
	Módulo Elástico (GPa)	
	c/retífica	s/retífica
800	375,12 ± 15,8	288,40 ± 3,63
900	467,24 ± 11,02	371,58 ± 9,86
1000	210,08 ± 9,07	162,75 ± 2,32
1100	362,92 ± 7,12	322,62 ± 7,5
1200	134,02 ± 5,17	382,98 ± 48,6
1300	227,37 ± 8,6	214,30 ± 2,94
1400	326,10 ± 11,42	282,65 ± 8,76
1450	315,90 ± 5,83	304,68 ± 11,01
1500	301,70 ± 12,32	318,40 ± 10,36
1550	320,02 ± 13,30	300,87 ± 13,7
1600	325,08 ± 9,48	298,00 ± 5,7

Fonte: o autor

Figura 35 – Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ZrO_2 : efeito da retifica dos corpos de prova

Fonte: o autor

Tabela 17 - Módulo elástico em função da temperatura de tratamento térmico para a ZrO_2 : efeito da retifica dos corpos de prova

Temperatura °C	ZrO₂	
	Módulo Elástico (GPa)	
	c/retífica	s/retífica
800	391,24 ± 19,7	164,13 ± 3,93
900	289,02 ± 26,34	202,22 ± 6,44
1000	386,02 ± 31,39	279,55 ± 5,1
1100	572,50 ± 75,9	422,85 ± 17,5
1200	510,12 ± 39,65	479,68 ± 9,22
1300	694,67 ± 92,91	197,60 ± 7,37
1400	262,83 ± 6,42	253,18 ± 4,35
1450	269,65 ± 10,34	247,12 ± 4,25
1500	284,33 ± 32,08	262,72 ± 4,2
1550	328,83 ± 42,15	254,90 ± 3,27
1600	266,67 ± 15,82	267,52 ± 4,17

Fonte: o autor

5.4.2 Resistência mecânica à flexão

Na figura 36 são apresentados os valores de resistência mecânica à flexão dos materiais estudados em função da temperatura de tratamento térmico aplicada. Os resultados estão coerentes com as curvas de densificação dos materiais, que apresentam a máxima resistência mecânica quando atingem a máxima densidade aparente. A alumina atinge o seu valor típico de resistência mecânica (em torno de 400 MPa de acordo com o NIST^[48] com o tratamento de sinterização a 1600 °C, coincidindo com a máxima densidade aparente figura 28. A zircônia e a ATZ atingem 800 MPa (também valores típicos destes materiais, segundo o NIST^[48], já citado) com o tratamento de 1500 °C, que também proporciona a máxima densidade aparente para ambos materiais. Observa-se que a zircônia apresenta uma queda no valor de resistência mecânica com a sinterização a 1600 °C, sendo que uma possível explicação para isso está relacionada ao aumento excessivo do tamanho de grãos do material provocado por esta temperatura, o que leva a uma redução na resistência mecânica

Figura 36 – Resistência mecânica a flexão em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Fonte: o autor

Tabela 18 - Resistência mecânica a flexão em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Temperatura °C	R.M. à Flexão (MPa)		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
800	$3,54 \pm 0,68$	$7,47 \pm 3,27$	$8,41 \pm 1,64$
900	$5,13 \pm 1,3$	$13,74 \pm 1,8$	$27,07 \pm 7,83$
1000	$4,17 \pm 0,83$	$28,26 \pm 5,5$	$53,03 \pm 15,48$
1100	$9,48 \pm 1,92$	$50,58 \pm 17,31$	$95,26 \pm 15,75$
1200	$23,73 \pm 3,52$	$199,73 \pm 40,5$	$258,93 \pm 40,4$
1300	$75,57 \pm 5,84$	$642,20 \pm 91,17$	$472,19 \pm 42,84$
1400	$213,24 \pm 36,47$	$800,29 \pm 204,31$	$858,72 \pm 179,42$
1450	$249,07 \pm 47,89$	$775,95 \pm 200$	$883,97 \pm 144,55$
1500	$340,46 \pm 15,92$	$912,82 \pm 138,34$	$819,40 \pm 63,9$
1550	$394,29 \pm 40,53$	$942,32 \pm 157,54$	$869,55 \pm 91,13$
1600	$411,49 \pm 17,27$	$646,15 \pm 150,6$	$834,18 \pm 191,22$

Fonte: o autor

5.4.3 Tenacidade à fratura

Na figura 37 são apresentadas curvas de tenacidade à fratura (K_{IC}) para os três materiais submetidos a alguns tratamentos térmicos. Estes valores possuem alto grau de incerteza pois se teve muitas dificuldades na determinação do comprimento das trincas formadas com a indentação. De um modo geral, ao não se ter as condições adequadas para a medida do comprimento das trincas, a tendência é que este valor seja subestimado, levando a um valor mais alto de K_{IC} . Entendemos que foi isso que ocorreu de uma forma geral, mas em particular para os valores determinados para a alumina, que além de apresentar porosidade residual, não teve um polimento adequado, o que levou a valores

muito altos, irrealistas, de K_{IC} , maiores que o encontrado para a zircônia. Este é um tópico que deverá ser realizado em condições mais adequadas.

Figura 37 – Tenacidade à fratura em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Fonte: o autor

Tabela 19 - Tenacidade à fratura em função da temperatura de tratamento térmico para os materiais Al_2O_3 , ZrO_2 e ATZ

Temperatura °C	Tenacidade à Fratura (MPa. m ^{0,5})		
	Al_2O_3	ZrO_2	ATZ
1450	-	-	5,35 ± 0,21
1500	-	-	5,23 ± 0,16
1550	6,01 ± 0,2	5,28 ± 0,4	6,71 ± 1,74
1600	5,42 ± 0,57	4,77 ± 0,27	5,08 ± 0,08

Fonte: o autor

5.5 Análise Microestrutural

Nas Figuras 38, 39 e 40 são apresentadas algumas micrografias obtidas no estudo. Mesmo que não se tenha realizado nenhuma análise quantitativa quanto à distribuição de tamanhos de grãos, observa-se que a zircônia e a ATZ apresentam elevada densificação, sem a presença de poros, e microestruturas muito homogêneas em termos de tamanho de grãos com a zircônia apresentando grãos da ordem de $0,7\mu\text{m}$. A alumina, por outro lado, apresenta porosidade residual, mesmo após sinterização a 1600°C por uma hora além de apresentar crescimento irregular de grãos com grãos alongados na ordem de $5\mu\text{m}$ e menores da ordem de $1\mu\text{m}$.

Figura 38 – Micrografias obtidas por MEV, da alumina sinterizada em diferentes temperaturas: a) 1450°C , b) 1500°C , c) 1550°C e d) 1600°C

a)

b)

c)

d)

Fonte: o autor

Figura 39 – Microestruturas da zircônia sinterizada em diferentes temperaturas:
a) 1450 °C, b) 1500 °C, c) 1550 °C e d) 1600 °C

a)

b)

c)

d)

Fonte: o autor

Figura 40 – Microestruturas da ATZ sinterizada em diferentes temperaturas: a) 1450 °C, b) 1500 °C, c) 1600 °C

a)

b)

c)

Fonte: o autor

5.6 Usinagem

Neste tópico serão apresentados e discutidos os resultados obtidos com a usinagem dos materiais estudados sob as diferentes condições.

5.6.1 Usinagem de alumina à verde

Os primeiros experimentos de usinagem foram realizados com blocos de alumina a verde, analisando-se o efeito, na qualidade das peças usinadas, de 4 fatores, sendo três diretamente relacionados com a usinagem (avanço da ferramenta, em mm/min, a profundidade do corte, em mm, e a rotação da ferramenta, em RPM), e o quarto, a pressão de compactação isostática, em MPa. Na figura 41 são apresentados exemplos de canais usinados em diferentes condições de usinagem, tanto para a alumina a verde como para a alumina parcialmente sinterizadas. Alguns autores procuram quantificar a área de esboroamento das arestas provocadas pela usinagem, relacionando-as com as melhores ou piores condições de usinagem. Neste trabalho optou-se por analisar a qualidade da usinagem pela medida da rugosidade produzida na superfície usinada, sendo que quanto menor a rugosidade, mais eficiente a usinagem.

Na Tabela 20 são apresentados, para a alumina a verde, os resultados das médias das rugosidades R_a e R_z , além dos respectivos valores calculados da relação Sinal/Ruído (equação “menor é melhor”) para cada um dos 9 experimentos estabelecidos, pelo planejamento experimental de Taguchi (Tabela 1). Os valores relacionados a R_z não serão mais apresentados e analisados, para os seguintes experimentos, por ter sido constatado que a rugosidade R_a é a mais relevante, e suficiente, para se avaliar o efeito das variáveis do processo na usinagem.

Figura 41 – Detalhes dos canais usinados sob diferentes condições em corpos de alumina: (a) alumina a verde, e em (b) alumina parcialmente sinterizada.

(a)

(b)

Fonte: o autor

Tabela 20 - Valores médios das rugosidades R_a e R_z e suas respectivas razões Sinal/Ruído, obtidos com a usinagem da alumina a verde.

Experimento	R_a Média	R_a S/N	R_z Média	R_z S/N
1	1,35	-2,61	9,18	-19,25
2	1,18	-1,41	6,42	-16,15
3	2,75	-8,79	15,13	-23,59
4	1,89	-5,52	10,67	-20,56
5	2,10	-6,45	11,98	-21,57
6	0,96	0,34	5,86	-15,35
7	1,80	-5,12	12,05	-21,62
8	2,94	-9,38	17,19	-24,70
9	1,41	-2,95	7,88	-17,93

A partir dos resultados obtidos para a rugosidade, o método de Taguchi permite analisar o efeito de cada um dos fatores avaliados, e com isso, determinar as condições ótimas de usinagem em termos da menor rugosidade média e da maior relação S/R, significando que nestas condições, o efeito do ruído (variável não controlada) é o menor e, portanto, o processo pode ser considerado mais robusto, mais confiável e mais controlado.

Nas Tabelas 21 (Resposta para Médias) e 22 (Resposta para Razões Sinal/Ruído) e na figura 42 são apresentados, para o caso da alumina a verde, a interferência de cada um dos fatores avaliados na variação da rugosidade e da relação S/R. São apresentados os valores médios para cada nível dos fatores avaliados, sendo que Delta é a diferença entre o maior e o menor valor médio, e representa a interferência do fator. Assim, pode-se determinar, a partir do valor de Delta, a sequência dos fatores com maior efeito na rugosidade (maior valor de Delta, maior influência do fator). Além disso é possível determinar, para cada um dos fatores, qual o nível que promove a menor rugosidade e maior relação S/R.

Pela tabela 21 tem-se que a Pressão é o fator que mais interfere na rugosidade (Delta = 1,213), seguido pela rotação (Delta = 0,728), Avanço e Profundidade (com valores de Delta muito próximos). O mesmo pode ser observado pela tabela 22. A sequência dos fatores que mais interferem no processo é dada pela linha 'Posto' das tabelas de resposta.

Tabela 21 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina a verde.

Alumina à verde - Resposta para Médias

Nível	Avanço	Profundidade	Rotação	Pressão
1	1,759	1,681	1,752	1,619
2	1,651	2,074	1,490	1,314
3	2,051	1,706	2,218	2,527
Delta	0,400	0,393	0,728	1,213
Posto	3	4	2	1

Tabela 22 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina a verde.

Alumina à verde - Resposta para Razões sinal-ruído

Menor é melhor

Nível	Avanço	Profundidade	Rotação	Pressão
1	-4,269	-4,417	-3,881	-4,004
2	-3,878	-5,747	-3,296	-2,065
3	-5,817	-3,800	-6,786	-7,895
Delta	1,939	1,947	3,490	5,830
Posto	4	3	2	1

Na figura 42 são plotados os dados das tabelas de respostas para médias de R_a e razão S/R, tabelas 21 e 22, o que permite uma interpretação visual dos efeitos provocados pelos fatores variados. Pode-se identificar que a condição mais adequada para a usinagem, ou seja, aquela na qual a razão S/R é maior, e a rugosidade média é a menor. No caso da alumina usinada a verde, o modelo indica que as melhores condições, na faixa de níveis avaliados, são:

- Avanço: 50 mm/min
- Profundidade: 0,40 mm
- Rotação: 2200 rpm
- Pressão de compactação: 200 MPa

Figura 42 – Efeito dos fatores na rugosidade e razão sinal/ruído para a usinagem da alumina a verde.

Fonte: o autor

A partir do software Minitab 18 é possível, com os resultados de rugosidade obtidos experimentalmente, construir gráficos de contorno e gráficos de superfície, que permitem uma visualização da rugosidade obtida com a

interação de dois dos fatores de usinagem avaliados. São apresentados, como exemplos, para a alumina usinada a verde, dois gráficos de contorno (figura 43) e os respectivos gráficos de superfície (figura 44), que relacionam R_a com os fatores Pressão x Rotação (os dois fatores mais relevantes segundo as tabelas de resposta), e com os fatores Pressão x Profundidade (os fatores mais e menos relevantes). Para os gráficos de contorno, considerando-se a escala que relaciona cores (ou tonalidades) com faixas de rugosidade, tem-se que quanto mais clara a região do gráfico, menor a rugosidade medida. Nestes exemplos tem-se que a rugosidade R_a varia de $< 1,0 \mu\text{m}$ (região mais clara) a $> 2,5 \mu\text{m}$ (região mais escura). Portanto é possível prever a rugosidade que será obtida com a variação dos fatores de usinagem ou dito de outra forma, quais as condições que proporcionarão as melhores condições de usinagem, considerando-se a menor rugosidade aliada ao menor tempo de usinagem. Pode-se afirmar que neste exemplo, para a alumina usinada a verde, as melhores condições de usinagem (menor rugosidade) são obtidas com os corpos compactados isostaticamente em pressões intermediárias (entre 150 e 200 MPa), usinada sob baixa rotação da ferramenta (entre 1600 e 1900 rpm) e profundidade acima de 0,3 mm. Na figura 44 estes mesmos gráficos são apresentados na forma gráficos de superfície tridimensional, com a rugosidade R_a no eixo z.

Figura 43 – Exemplo de (a) gráficos de contorno e (b) gráficos de superfície 3D, produzidos pelo software Minitab 18, a partir dos resultados obtidos com a usinagem da alumina a verde.

Fonte: o autor

Figura 44 – Alumina usinada a verde: Gráficos de contorno de R_a para Pressão x Rotação (a) e R_a para Pressão x Profundidade (b).

(a)

(b)

Fonte: o autor

5.6.2 Usinagem da alumina parcialmente sinterizada

O segundo conjunto de usinagens foi realizado utilizou-se a alumina parcialmente sinterizada. Os 3 fatores relacionados às condições de usinagem (avanço, profundidade e rotação), tiveram seus respectivos níveis idênticos aos empregados para a usinagem da alumina à verde, sendo o quarto fator, a temperatura de tratamento térmico para a sinterização parcial, com os níveis 1.000, 1.100 ou 1.200 °C. Os 9 experimentos estabelecidos pelo método de Taguchi (apresentados na tabela 2) foram realizados com e sem a aplicação do líquido lubrificante/refrigerante. Na tabela 23 são apresentados os resultados das médias da rugosidade R_a e seus respectivos valores calculados da relação Sinal/Ruído (equação “menor é melhor”).

Tabela 23 - Valores médios das rugosidades R_a e S/R para os experimentos realizados com a alumina parcialmente sinterizada.

Experimento	Al ₂ O ₃ Parcialmente sinterizadas			
	Sem refrigeração		Com refrigeração	
	R_a (μm)	S/R	R_a (μm)	S/R
1	0,63	4,01	0,62	4,15
2	1,04	-0,34	0,79	2,05
3	1,00	0	0,71	2,97
4	0,68	3,35	0,76	2,38
5	0,75	2,50	0,85	1,41
6	1,07	-0,59	1,90	-5,57
7	1,27	-2,08	0,66	3,61
8	1,68	-4,51	1,44	-3,17
9	0,95	0,44	1,52	-3,64

Fonte: o autor

De maneira semelhante à análise dos resultados obtidos com a alumina à verde, a partir das respostas obtidas para as médias de R_a e para a Razão Sinal-Ruído (tabelas 24 e 25) foi possível definir a sequência dos fatores mais relevantes, e determinar o conjunto de níveis que leve à menor rugosidade e maior relação S/R.

Tem-se que para a usinagem da alumina parcialmente sinterizada, sem a aplicação da refrigeração, o Avanço é o fator que mais afeta a rugosidade ($\Delta = 0,4717$), seguido pela Temperatura ($\Delta = 0,3506$), Profundidade de corte ($\Delta = 0,2956$) e Rotação ($\Delta = 0,2344$). Esta mesma sequência de fatores é obtida com a análise das respostas para a razão S/R.

Tabela 24 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

Al_2O_3 parcialmente sinterizada - Resposta para Médias (s/ refrigeração)

	Avanço	Profundidade	Rotação	Temperatura
Nível				
1	0,8861	0,8572	1,1222	0,7739
2	0,8283	1,1528	0,8878	1,1244
3	1,3000	1,0044	1,0044	1,1161
Delta	0,4717	0,2956	0,2344	0,3506
Posto	1	3	4	2

Tabela 25 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

Al_2O_3 parcialmente sinterizada - Resposta para Razões S-R (s/ refrigeração)

Menor é melhor

	Avanço	Profundidade	Rotação	Temperatura
Nível				
1	1,26621	1,80295	-0,31784	2,35653
2	1,80794	-0,74828	1,17715	-0,98241
3	-2,04870	-0,02923	0,16614	-0,34867
Delta	3,85663	2,55123	1,49499	3,33894
Posto	1	3	4	2

Com a aplicação da refrigeração durante a usinagem, observa-se uma inversão em termos da relevância dos fatores no que se refere à rugosidade produzida (tabelas 26 e 27). Tem-se a sequência Profundidade (o fator mais relevante), seguido da Rotação, Avanço e Temperatura. Na figura 45 pode-se comparar os resultados obtidos e avaliar o efeito da aplicação da refrigeração.

Tabela 26 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

Al_2O_3 parcialmente sinterizada - Resposta para Médias (c/ refrigeração)

Nível	Avanço	Profundidade	Rotação	Temperatura
1	0,7044	0,6772	1,3161	0,9939
2	1,1661	1,0256	1,0228	1,1156
3	1,2061	1,3739	0,7378	0,9672
Delta	0,5017	0,6967	0,5783	0,1483
Posto	3	1	2	4

Tabela 27 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

Al_2O_3 parcialmente sinterizada - Resposta para Razões S-R (c/ refrigeração)

Menor é melhor

Nível	Avanço	Profundidade	Rotação	Temperatura
1	3,08912	3,41784	-1,49563	0,67713
2	-0,56151	0,10590	0,27140	0,02870
3	-1,06165	-2,05778	2,69019	0,76014
Delta	4,15077	5,47563	4,18582	0,73145
Posto	3	1	2	4

Figura 45 – Efeito dos fatores na rugosidade e razão sinal/ruído para a usinagem da alumina parcialmente sinterizada. Pode-se avaliar também o efeito da refrigeração.

Fonte: o autor

A análise dos resultados apresentados nas tabelas de resposta e, na forma de gráficos, na figura 45, possibilitam identificar, assim como foi feito para a alumina a verde, as condições de usinagem mais adequada (com ou sem a aplicação de refrigeração) para se atingir a menor rugosidade média para a alumina parcialmente sinterizada. Na tabela 28 tem-se estas condições.

Tabela 28 – Parâmetros de usinagem otimizados para alumina parcialmente sinterizada

	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura (°C)
Sem refrigeração	50	0,1	2200	1000
Com refrigeração	25	0,1	2800	1200

Fonte: o autor

Comparando-se os dados obtidos com e sem a refrigeração, com relação à rugosidade produzida, não se constatou diferenças significativas entre as duas condições. Presume-se que a refrigeração proporcione uma maior vida útil da ferramenta, mas não foi feito nenhum estudo detalhado que permitisse fazer esta constatação.

Na figuras 46 e 47 são apresentados, como para o estudo da alumina parcialmente sinterizada, gráficos de contorno e de superfície, produzidos a partir do software Minitab 18, utilizado neste estudo. Novamente optou-se por apresentar os gráficos que relacionam o fator mais relevante com o segundo, e com o último na sequência de relevância.

Figura 46 – Alumina parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).

(a)

(b)

(c)

(d)

Figura 47 – Alumina parcialmente sinterizada: gráficos de superfície para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).

5.6.3 Usinagem da zircônia parcialmente sinterizada

Na tabela 29 são apresentados os valores de rugosidade R_a e da razão S/R obtidos após os ensaios de usinagem com o terceiro conjunto de experimentos, com a utilização de corpos de zircônia parcialmente sinterizada. A seguir são apresentados os resultados obtidos e as discussões de forma similar ao realizados com os experimentos anteriores.

Tabela 29 – valores de rugosidade R_a e sinal/ruído (S/R) obtidos após o segundo ensaio de usinagem com zircônia

Experimento	Sem refrigeração		Com refrigeração	
	R_a (mm)	S/N	R_a (mm)	S/N
1	1,27	-5,03	1,77	-6,49
2	0,67	3,51	0,61	4,14
3	0,90	-1,34	0,56	5,03
4	1,69	-4,97	0,85	0,78
5	2,47	-8,60	1,11	-1,48
6	2,65	-8,90	3,21	-11,34
7	0,54	5,17	1,27	-2,59
8	5,03	-14,71	5,51	-15,40
9	4,94	-14,32	2,04	-6,26

Fonte: o autor

Nas tabelas 30 e 31 são apresentados os valores de R_a e razão S/R, para as usinagens sem refrigeração, respectivamente. Nas tabelas 32 e 33 são apresentados estes dados para as amostras usinadas com refrigeração. Na Figura 48 estão apresentados os gráficos dos fatores principais que afetam a rugosidade e a razão S/R. A partir destes gráficos, foram determinadas as condições otimizadas para usinagem com e sem refrigeração, que estão apresentados na tabela 34.

Tabela 30 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

ZrO₂ parcialmente sinterizada - Resposta para Médias (s/ refrigeração)

Nível	AVANÇO	PROFUNDIDADE	ROTAÇÃO	TEMPERATURA
1	0,9444	1,1644	2,9833	2,8917
2	2,2667	2,7200	2,4300	1,2828
3	3,5011	2,8278	1,2989	2,5378
Delta	2,5567	1,6633	1,6844	1,6089
Posto	1	3	2	4

Tabela 31 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a zircônia parcialmente sinterizada, sem refrigeração.

ZrO₂ parcialmente sinterizada - Resposta para Razões S-R (s/ refrigeração)

Menor é melhor

Nível	AVANÇO	PROFUNDIDADE	ROTAÇÃO	TEMPERATURA
1	-0,95148	-1,60864	-9,54349	-9,31510
2	-7,48902	-6,60201	-5,25875	-0,07368
3	-7,95223	-8,18209	-1,59049	-7,00395
Delta	7,00074	6,57345	7,95300	9,24142
Posto	3	4	2	1

Tabela 32 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, com refrigeração.

ZrO₂ parcialmente sinterizada - Resposta para Médias (c/ refrigeração)

Nível	AVANÇO	PROFUNDIDADE	ROTAÇÃO	TEMPERATURA
1	0,9783	1,2928	3,4933	1,6406
2	1,7239	2,4100	1,1678	1,6956
3	2,9378	1,9372	0,9789	2,3039
Delta	1,9594	1,1172	2,5144	0,6633
Posto	2	3	1	4

Tabela 33 - Resposta para as razões Sinal-Ruído para a zircônia parcialmente sinterizada, com refrigeração.

ZrO₂ parcialmente sinterizada - Resposta para Razões S-R (c/ refrigeração)

Menor é melhor

Nível	AVANÇO	PROFUNDIDADE	ROTAÇÃO	TEMPERATURA
1	0,8948	-2,7680	-11,0751	-4,7431
2	-4,0129	-4,2459	-0,4439	-3,2628
3	-8,0823	-4,1866	0,3187	-3,1945
Delta	8,9771	1,4779	11,3938	1,5486
Posto	2	4	1	3

Figura 48 - Gráficos de efeitos principais rugosidade e razão S/R em função dos parâmetros de usinagem da zircônia parcialmente sinterizada nos ensaios sem e com refrigeração: (a) avanço, (b) profundidade, (c) rotação e (d) temperatura

(c)

(d)

Fonte: o autor

Semelhante ao comportamento observado com a usinagem da alumina, para a zircônia a rugosidade produzida com a usinagem sob refrigeração não foi qualitativamente diferente da obtida com a usinagem a seco.

Na tabela 34 são apresentados os níveis para cada um dos fatores que propiciaram as condições de usinagem mais adequada (com ou sem a aplicação de refrigeração) para se obter superfícies com a menor rugosidade média para a zircônia parcialmente sinterizada. Constata-se que os níveis ótimos para cada um dos fatores são os mesmos para a usinagem com e sem refrigeração.

Tabela 34 - Parâmetros de usinagem otimizados para Zircônia

	Avanço (mm/min)	Profundidade de corte (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura ($^{\circ}C$)
Sem refrigeração	50	0,25	2800	900
Com refrigeração	50	0,25	2800	900

Fonte: o autor

Na Figura 49, é apresentado a imagem de MEV da cavidade formada pela usinagem de um bloco de ZrO_2 parcialmente sinterizado a $900^{\circ}C$ com

refrigeração e com as condições otimizadas apresentadas na Tabela 34. É possível constatar a qualidade da usinagem, sem o esboroamento de cantos vivos e com a superfície usinada com bom acabamento e poucas marcas da ferramenta.

Figura 49 – Corpo de prova usinado com os parâmetros otimizados de usinagem de zircônia, sob refrigeração.

Fonte: o autor

Nas figuras 50 e 51 são apresentados respectivamente os gráficos de contorno e de superfície produzidos a partir dos resultados da usinagem, com o software Minitab 18, utilizado neste estudo. Novamente optou-se por apresentar os gráficos que relacionam o fator mais relevante com o segundo, e com o último na sequência de relevância.

Figura 50 – Zircônia parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d).

(a)

(b)

(c)

(d)

Fonte: o autor

Figura 51 – Zircônia parcialmente sinterizada: gráficos de contorno para usinagem sem refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (a) e R_a em função de Avanço x Temperatura (b), e para usinagem com refrigeração, R_a em função de Avanço x Rotação (c) e R_a em função de Avanço x Temperatura (d)..

Fonte: o autor

Os resultados obtidos até esta fase do trabalho demonstraram que a metodologia empregada e a fresadora Sherline 4410 possibilitam a usinagem de corpos cerâmicos com boa qualidade, considerando-se a integridade dos cantos vivos usinados, bem como os valores de rugosidade medidos. No entanto as condições de usinagem e a ferramenta utilizadas acarretam longos tempos de operação, dificultando, em particular, a confecção de corpos de maiores dimensões e com geometrias complexas. Dessa forma, buscando minimizar o problema, e dentro das possibilidades operacionais da fresadora, utilizou-se de ferramentas de maior diâmetro, e parâmetros de processo mais severos como mostrados na tabela 4.

Na Tabela 35 são apresentados os valores de rugosidade R_a e da razão S/R obtidos após os ensaios de usinagem deste conjunto de experimentos, usinando-se desta vez, a alumina, a zircônia e o compósito ATZ.

Foram avaliados o efeito dos parâmetros de avanço, profundidade, rotação e temperatura na rugosidade dos materiais sinterizados parcialmente (tabela 4). Devido a severidade dos parâmetros, os ensaios foram realizados somente sob refrigeração.

Tabela 35 – Valores de rugosidade e sinal/ruído obtidos após os ensaios de usinagem com alumina, zircônia e ATZ.

Experimento	Al_2O_3		ZrO_2		ATZ	
	R_a (μm)	S/N	R_a (μm)	S/N	R_a (μm)	S/N
1	0,95	0,28	0,74	2,52	1,03	-0,41
2	0,78	2,17	0,6	3,49	0,75	1,79
3	0,84	1,5	0,86	1,17	3,21	-10,45
4	0,81	1,62	0,67	3,33	0,56	4,91
5	1,07	-0,76	1,04	-0,35	3,7	-11,4
6	1,32	-2,56	0,66	3,45	6,0	-15,56
7	0,96	0,23	1,03	-0,29	0,72	2,4
8	1,07	-0,77	0,73	2,49	1,55	-4,29
9	3,0	-9,54	3,0	-9,54	6,0	-15,56

Fonte: o autor

Seguindo os mesmos critérios de análise empregados nos estudos anteriores, a partir dos dados de rugosidade R_a medidos nas superfícies usinadas, foram realizados os cálculos da contribuição de cada um dos fatores em seus diferentes níveis, assim como os cálculos para a determinação da razão Sinal/Ruído. Estes valores são apresentados nas tabelas de resposta, Tabelas 36 e 37 para a Al_2O_3 , tabelas 38 e 39 para a ZrO_2 e tabelas 40 e 41 para o ATZ.

Tabela 36 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.

Alumina - Resposta para Médias

Nível	Avanço	Profundidade	Temperatura	Rotação
1	1,6608	0,7675	2,8583	3,5750
2	3,4183	1,9975	2,4350	2,4883
3	2,7550	5,0692	2,5408	1,7708
Delta	1,7575	4,3017	0,4233	1,8042
Posto	3	1	4	2

Tabela 37 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.

Alumina - Resposta para Razões sinal-ruído

Menor é melhor

Nível	Avanço	Profundidade	Temperatura	Rotação
1	-3,024	2,300	-6,757	-9,125
2	-7,352	-4,636	-2,956	-3,791
3	-5,818	-13,857	-6,480	-3,277
Delta	4,327	16,157	3,800	5,848
Posto	3	1	4	2

Tabela 38 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a zircônia parcialmente sinterizada, condições severas.

Zircônia - Resposta para Médias

Nível	Avanço	Profundidade	Temperatura	Rotação
1	0,7308	0,8133	0,7092	1,5925
2	0,7867	0,7892	1,4217	0,7617
3	1,5883	1,5033	0,9750	0,7517
Delta	0,8575	0,7142	0,7125	0,8408
Posto	1	3	4	2

Tabela 39 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a alumina parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.

Zircônia - Resposta para Razões sinal-ruído

Menor é melhor

Nível	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Temperatura (°C)	Rotação (rpm)
1	2,3927	1,8532	2,8171	-2,4580
2	2,1434	1,8788	-0,9059	2,2173
3	-2,4465	-1,6424	0,1784	2,3303
Delta	4,8391	3,5212	3,7230	4,7883
Posto	1	4	3	2

Tabela 40 – Resposta para as médias da rugosidade R_a para a ATZ parcialmente sinterizada, condições severas.

ATZ - Resposta para Médias

Nível	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Temperatura (°C)	Rotação (rpm)
1	1,6608	0,7675	2,8583	3,5750
2	3,4183	1,9975	2,4350	2,4883
3	2,7550	5,0692	2,5408	1,7708
Delta	1,7575	4,3017	0,4233	1,8042
Posto	3	1	4	2

Tabela 41 – Resposta para as razões Sinal-Ruído para a ATZ parcialmente sinterizada, usinada em condições severas.

ATZ - Resposta para Razões sinal-ruído

Menor é melhor

Nível	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Temperatura (°C)	Rotação (rpm)
1	-3,024	2,300	-6,757	-9,125
2	-7,352	-4,636	-2,956	-3,791
3	-5,818	-13,857	-6,480	-3,277
Delta	4,327	16,157	3,800	5,848
Posto	3	1	4	2

Os mesmos dados de efeitos principais contidos nas tabelas anteriores são apresentados na forma de gráficos na figura 52. Com isso pode-se, então, determinar as condições otimizadas de usinagem dentro dos parâmetros avaliados no experimento. Estas condições são apresentadas na tabela 42.

Figura 52 - Gráficos de efeitos principais rugosidade e razão S/R x parâmetros de usinagem da alumina, zircônia e ATZ parcialmente sinterizada com refrigeração: (a) fator avanço, (b) fator profundidade, (c) fator rotação e (d) fator temperatura.

Fonte: o autor

Tabela 42 - Parâmetros de usinagem otimizados de alumina, zircônia e ATZ sob condições mais severas.

	Avanço (mm/min)	Profundidade (mm)	Rotação (rpm)	Temperatura (°C)
Al ₂ O ₃	75	1,0	2800	1100
ZrO ₂	75	1,5	2800	900
ATZ	75	1,0	2800	1000

Fonte: o autor

Também para este conjunto de experimentos são apresentados respectivamente, nas figuras 53 e 54, os gráficos de contorno e de superfície produzidos a partir dos resultados da usinagem, para os três materiais estudados, com o software Minitab 18, utilizado neste estudo. Novamente optou-se por apresentar os gráficos que relacionam o fator mais relevante com o segundo, e com o último na sequência de relevância.

Figura 53 - Gráficos de contorno construídos com o software Minitab 18 a partir dos dados de rugosidade obtidos neste estudo. (a) alumina, (b) zircônia, (c) ATZ

(c)

Fonte: o autor

Figura 54 - Gráficos de superfície construídos com o software Minitab 18 a partir dos dados de rugosidade obtidos neste estudo. (a) alumina, (b) zircônia, (c) ATZ

(a)

(b)

(c)

Fonte: o autor

A primeira constatação é que comparando-se os três materiais usinados, a ATZ foi a que apresentou maiores valores de rugosidade em praticamente todas as situações avaliadas. Já a alumina e zircônia apresentaram comportamentos muito semelhantes em termos da rugosidade, com a zircônia apresentando R_a um pouco menor. Já em termos da relação Sinal/Ruído o comportamento de todos os materiais seguiu o padrão esperado, indicando que com a ATZ o efeito do ruído, variáveis não controladas, é mais significativo.

Destaca-se que apesar de os experimentos terem sido realizados sob condições mais severas, as rugosidades produzidas em todas as condições apresentam valores semelhantes ou menores que os produzidos nos experimentos anteriores, sob condições de operação mais brandas. Com isso pode-se afirmar que o conjunto fresadora, ferramenta e parâmetros de processo proporcionaram uma resposta adequada.

Na figura 55 são apresentadas micrografias da ferramenta diamantada antes e após a usinagem de um corpo de alumina com a geometria de um rotor. Apesar de não se ter realizado estudos quanto ao desgaste das ferramentas observou-se que após a produção deste rotor o desgaste da ferramenta foi imperceptível. Na figura observa-se que o pó cerâmico impregna a ferramenta mas mantém intacta a estrutura dos grãos abrasivos.

Figura 55 – Ferramenta diamantada de 3mm fornecida pela Master Diamond. Em (a) tem-se a ferramenta sem uso e em (b), após a usinagem de um rotor.

Fonte: o autor

Utilizando os valores de parâmetros otimizados, apresentados na tabela 42, foi possível a confecção de diferentes corpos cerâmicos, de alumina, zircônia e de ATZ, com geometrias complexas, que são apresentados na figura 56, 57, 58 e 59.

Figura 56 – Rotores de alumina produzidos neste estudo, usinados a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.

Fonte: o autor

Figura 57 – Rotor de zircônia produzido neste estudo, usinado a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.

Fonte: o autor

Figura 58 – Rotor de ATZ produzido neste estudo, usinado a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.

Fonte: o autor

Figura 59 – Rotores de alumina, zircônia e ATZ produzidos neste estudo, usinados a partir de corpos parcialmente sinterizados, utilizando os parâmetros otimizados de usinagem.

Fonte: o autor

6 CONCLUSÕES

A usinagem de corpos cerâmicos a verde, nas condições avaliadas, apesar de permitir maior taxa de remoção de material, provoca grande esboroamento das bordas e altos valores de rugosidade ($0,96 \mu\text{m}$).

A usinagem de corpos cerâmicos na condição de sinterização parcial se mostrou adequada para a produção de corpos com geometria complexa. Para cada material foi possível determinar as condições mais apropriadas de tratamento térmico para o emprego da usinagem: a temperatura de sinterização parcial foi de 900°C para a zircônia, 1000°C para a ATZ e 1100°C para a alumina. Com isso foi possível a obtenção de superfícies usinadas com rugosidade R_a tão baixa quanto $0,65 \mu\text{m}$.

O método de Taguchi de design de experimentos e análise de resultados se mostrou adequado para a otimização do processo de usinagem de cerâmicas avançadas, sendo possível identificar, a partir dos resultados de rugosidade R_a e razão sinal/ruído (S/R), os fatores que mais interferiram na qualidade da usinagem. Para a alumina e ATZ, nas condições avaliadas, o fator que mais interferiu na usinagem foi a profundidade de corte; já para a zircônia o fator que mais interferiu foi a velocidade de avanço da ferramenta

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] JANSSEN, R. et al. Tailor-made ceramic-based components - Advantages by reactive processing and advanced shaping techniques. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 28, n. 7, p. 1369-1379, 2008.
- [2] PUJARI, V.K. et al. Advanced machining technology for gas turbine and heat engine components, **Industrial Ceramics**, v. 30 n. 2, p. 129-132, 2010.
- [3] MOHANTY, S. et al. Net shape forming of green alumina via CNC machining using diamond embedded tool, **Ceramics International**, v. 39, p. 8985-8993, 2013.
- [4] PFRENGLE, A. et al. Green Machining of Net Shape Ceramics, **Proceedings of the 10th International Conference of the European Ceramic Society**. eds., J. G. Heinrich and C. G. Aneziris. Go"llerVerlag GmbH, Baden-Baden, Germany, 487–492, 2008.
- [5] FORTULAN, C. A. Influence of the green-machining parameters on the mechanical properties of alumina rods, **International Journal of Advanced Manufacturing Technology**, v. 88, p. 3475-3484, 2017.
- [6] FORTULAN, C. A. **Desempenho das cerâmicas estruturais associado aos métodos de conformação por injeção, prensagem isostática e projetos de equipamentos e moldes**. 1997. 212 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Universidade de São Paulo, São Carlos.
- [7] PETER, G. Advanced engineering ceramics. **Advanced Engineering Materials**, v. 4, n. 5, p. 247-254, 2002.
- [8] DESFONTAINES, M. et al. Characterisation of the green machinability of AlN powder compacts, **Journal of the European Ceramic Society**, v. 25, n. 8, p.781-791, 2005.
- [9] BUKVIC, G. **Usinagem a verde voltada à melhoria da distorção e acabamento superficial de cerâmicas sinterizadas**. 2011. 106 p. Dissertação

(Mestrado em Engenharia Mecânica) - Universidade Estadual Paulista, São Paulo.

[10] KONIG, W.; WAGEMANN, A. Machining of ceramic components: process-technological potentials. **Proceedings of the International Conference on Machining of Advanced Materials**, U.S., Gaithersberg, NIST Special Publication, p.847 v.3, 1993.

[11] SONG, J. H.; EVANS, J. R. G. On the machinability of ceramic compacts. **Journal of the European Ceramic Society**, v.17, n.14, p.1665–1673, 1997.

[12] DA SILVA, M. V. et al. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. **Cerâmica**, v. 60, n. 355 p. 323-331, 2014.

[13] BIRKBY, I. et al. Factors affecting the machinability of fine ceramic powders. **British Ceramic Transactions**, v.93, n. 5, p.183-186, 1994.

[14] SHEPPARD, L. M. Green machining—tools and considerations for machining unfired ceramic parts. **Ceramic industry**, v.149, n.6, p. 65–76, 1999.

[15] BUKVIC, G. **Estratégia de usinagem em verde dirigida ao projeto de peças cerâmicas**. 2015. 190 p. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) Escola de Engenharia de São Carlos, São Paulo

[16] WANG, Z. Y.; RAJURKAR, K. P. Cryogenic machining of hard-to-cut materials. **Wear**, v. 239, n. 2, p. 168-175, 2000

[17] DHARA, S.; Su, B. Green machining to net shape alumina ceramics prepared using different processing routes. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v.2, n.3, p. 262-270, 2005.

[18] KAVASHIMA, L. H. et al. Análise da microdureza Vickers de zircônia Y-TZP pré-sinterizada para a usinagem e posterior aplicação como copings. **Matéria (Rio de Janeiro)**, v. 22, n. 2, 2017.

[19] DEGNAN, C. C. et al. Relationship between physical structure and machinability of green compacts. **Powder Metallurgy**, v. 50, n.1, p. 14-20, 2007.

[20] KONDO, N. et al. Effect of green machining on strength of silicon nitride with as-sintered surface. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v. 115, n. 1344, p. 504-506, 2007.

- [21] SCHELLER, W. L. et al. Conventional machining of Green aluminum/aluminum nitride ceramics. **Ohio Journal of Science**, v.94, n.5, 1994.
- [22] KAMBOJ, R.K. et al. Machining behavior of green gelcast ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 7, p.1005–1011, 2003.
- [23] NUNN, S. D.; KIRBY G.H. Green machining of gelcast ceramic materials Ceramic. Engineering and Science, **Proceedings Annual Conference**. V.17, p.209-213, 1996.
- [24] TANAKA, S. et al. Influence of granule characteristics on fabrication of translucent alumina ceramics with high strength and reliability, **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v.124, n. 4, p. 426-431, 2016.
- [25] KUMAR, D. B. R. et al. Acrylic co-polymer emulsion binders for green machining of ceramics. **European Polymer Journal**, v.36, n.7, p.1503-1510, 2000.
- [26] WU, X. L. K. W.; MCANANY, W. J. Acrylic Binder for Green Machining, **American Ceramic Society Bulletin**, v.74, n. 5, p.61-64, 1995.
- [27] PFRENGLE, A. Optimizing Net-Shape Ceramics for Green Machining. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 7, n.2, p. 189-196, 2010.
- [28] MARINA, R. A. **PROCESSOS DE USINAGEM EM CERÂMICAS SINTERIZADAS, EM VERDE E AVANÇADAS**. International Symposium on Innovation and Technology, (MACOR®): UMA REVISÃO.
- [29] BRUNO S. P. et al. Rugosidade superficial de revestimentos cerâmicos. **Cerâmica Industrial**, v. 11, n. 2, p. 15-18, 2006.
- [30] JONAS, M. H. et al. Otimização do acabamento superficial no torneamento cilíndrico externo de um aço SAE 1045. **Revista Gestão da Produção Operações e Sistemas**, v. 12, n. 2, p. 138, 2017.
- [31] GERALDO, A. C. ITHYARA, D. M. M. Análise da influência dos parâmetros de usinagem sobre a rugosidade no torneamento cilíndrico externo em corte a seco e com abundância de fluido de corte. **ENCONTRO NACIONAL DE ENGENHARIA DE PRODUÇÃO**, v. 34, 2014.

- [32] BATISTA, M. F. **Estudo da rugosidade de superfícies planas usinadas por fresas de topo esférico**. 2006. 103 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Universidade de São Paulo, São Paulo.
- [33] ROBSON, C. Rugosidade superficial nas operações de torneamento. **Santa Bárbara D'Oeste, Centro Senai – Fundação Romi Formação de Formadores**, p. 96, 2002.
- [34] FACCIO, I. **Investigações sobre o acabamento superficial de usinagens com altíssima velocidade de corte**. 2002. 119 p. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) Escola Politécnica USP, São Paulo
- [35] VERÔNICA, C.; DOUGLAS, M. **Planejamento de Experimentos usando o Statistica**. Editora E-papers, 2003.
- [36] PROCESSO OU SISTEMA. Disponível em; < www.portalaction.com.br >
Acesso em 10 de janeiro de 2019.
- [37] DOUGLAS, M. **Diseño y análisis de experimentos**. Trad. Jaime Delgado Saldivar. México: Editora Iberoamérica, 1991.
- [38] PHILIP, J. R. **Aplicações das técnicas Taguchi na engenharia da qualidade**. Editora Makron Books, 1991.
- [39] Minitab Statistical Software. Disponível em; < www.minitab.com/pt-br/ >
Acesso em 30 de janeiro 2019.
- [40] SANTOS, A. A. **ESTUDO DAS VARIÁVEIS NO PROCESSO DE COMPACTAÇÃO DE PÓS À BASE DE ALUMINA**. 2012. 80 p. Dissertação (Mestrado em Tecnologia Nuclear) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, São Paulo.
- [41] ANSTIS, G. R. et al. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, n. 9, p. 533-538, 1981.
- [42] MAITRA, A.K.; KALYAN, K. K. Ultrasonic evaluation of elastic parameters of sintered powder compacts. **Journal of Materials Science**, v. 29, n. 17, p. 4415–4419, 1994.

- [43] LUO, J.; STEVENS, R. Porosity-dependence of elastic moduli and hardness of 3Y-TZP ceramics. **Ceramics International**, v. 25, n. 3, p. 281-286, 1999.
- [44] WILLI, P. et al. Elasticity of Porous Ceramics-A Critical Study of Modulus–Porosity Relations. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 26 n.7, p.1085-1097, 2006.
- [45] VÂNIA, R. S. et al. Mechanical Properties of Porous Ceramics. **In Recent Advances in Porous Ceramics** Edited Chapter, London, Intech Open, 2018.
- [46] SPRIGGS, R. M.; Expression for effect of porosity on elastic modulus of polycrystalline refractory materials, particularly aluminum oxide. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 12, p. 628-29, 1961.
- [47] WAGH, A. S. et al. Open pore description of mechanical properties of ceramics. **Journal of materials science**, v. 26, n. 14, p. 3862-3868, 1991.
- [48] NIST Property Data Summaries for Advanced Materials. Disponível em; < <https://srdata.nist.gov/CeramicDataPortal/Pds/Scdaos> > Acesso em 20 de Dezembro 2020.

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
Diretoria de Pesquisa, Desenvolvimento e Ensino
Av. Prof. Lineu Prestes, 2242 – Cidade Universitária CEP: 05508-000
Fone/Fax(0XX11) 3133-8908
SÃO PAULO – São Paulo – Brasil
<http://www.ipen.br>

O IPEN é uma Autarquia vinculada à Secretaria de Desenvolvimento, associada à Universidade de São Paulo e gerida técnica e administrativamente pela Comissão Nacional de Energia Nuclear, órgão do Ministério da Ciência, Tecnologia, Inovações e Comunicações.