

USP

Campus de São Carlos

DESEMPENHO DAS CERÂMICAS ESTRUTURAIS
ASSOCIADO AOS MÉTODOS DE CONFORMAÇÃO
POR INJEÇÃO, PRENSAGEM ISOSTÁTICA E
PROJETOS DE EQUIPAMENTOS E MOLDES

Eng. Carlos Alberto Fortulan

Orientador: Prof. Dr. Benedito de Moraes Purquerio

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO



ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

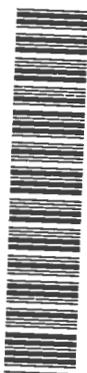
DESEMPENHO DAS CERÂMICAS ESTRUTURAIS
ASSOCIADO AOS MÉTODOS DE CONFORMAÇÃO
POR INJEÇÃO, PRENSAGEM ISOSTÁTICA E
PROJETOS DE EQUIPAMENTOS E MOLDES

Carlos Alberto Fortulan

Tese apresentada à Escola de Engenharia de
São Carlos, da Universidade de São Paulo,
como parte dos requisitos para obtenção do
Título de Doutor em Engenharia Mecânica.

ORIENTADOR: Prof. Dr. Benedito de Moraes Purquerio

DEDALUS - Acervo - EESC



31100017904

São Carlos

1997



Class.	T65 - 20
Curr.	2283
Tombo	T18397

at 0934068

Ficha catalográfica preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca - EESC-USP

F745d Fortulan, Carlos Alberto
Desempenho das cerâmicas estruturais associado
aos métodos de conformação por injeção, prensagem
isostática e projetos de equipamentos e moldes /
Carlos Alberto Fortulan. -- São Carlos, 1997.

Tese (Doutorado). -- Escola de Engenharia
de São Carlos-Universidade de São Paulo, 1997.

Área: Engenharia Mecânica

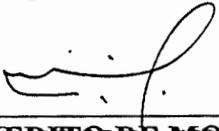
Orientador: Prof. Dr. Benedito de Moraes
Purquerio

1. Cerâmicas avançadas. 2. Cerâmicas
estruturais. 3. Conformação. 4. Processamento.
5. Injeção cerâmica. 6. Prensagem isostática.
I. Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Candidato: Engenheiro **CARLOS ALBERTO FORTULAN**

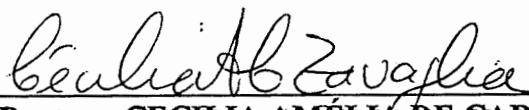
Tese defendida e aprovada em 12-09-1997
pela Comissão Julgadora:



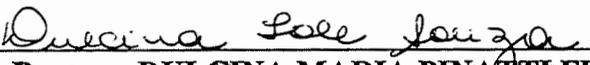
Prof. Titular **BENEDITO DE MORAES PURQUÉRIO (Orientador)**
(Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo)



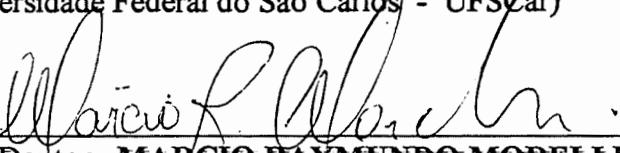
Prof. Doutor **WALDEK WLADIMIR BOSE FILHO**
(Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo)



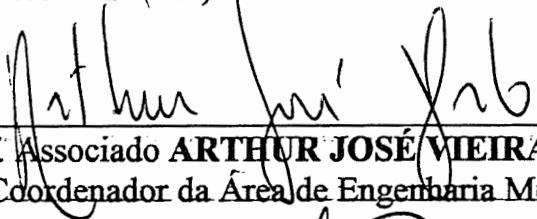
Profa. Doutora **CECILIA AMÉLIA DE CARVALHO ZAVAGLIA**
(Universidade Estadual de Campinas - UNICAMP)



Profa. Doutora **DULCINA MARIA PINATTI FERREIRA DE SOUZA**
(Universidade Federal do São Carlos - UFSCar)



Prof. Doutor **MARCIO RAYMUNDO MORELLI**
(Universidade Federal do São Carlos - UFSCar)



Prof. Associado **ARTHUR JOSÉ VIEIRA PORTO**
Coordenador da Área de Engenharia Mecânica



Prof. Titular **JOÃO VITOR MOCCELLIN**
Vice-Presidente da Comissão de Pós-Graduação
em exercício

À Marilza, minha esposa, pela alegria das conquistas e pelo discernimento das longas privações.

Aos meus pais, Antonio e Zélia, por fazerem da formação de seus filhos, a bandeira de suas vidas.

Em memória de Angelo Carlos, tio, amigo e conselheiro, que sempre admirou e recomendou a o decurso da vida acadêmica/científica.

AGRADECIMENTOS

Ao Professor Dr. Benedito de Moraes Purquerio, orientador, conselheiro e administrador, pelo profissionalismo e dedicação.

Ao amigo e técnico do DEMA-UFSCar Walter Aparecido Mariano, pelos ensinamentos, análises e preparação de amostras.

Aos Professores Dr. Benedito Di Giacomo e Arthur Vieira Porto pelos aconselhamentos técnicos e filosóficos.

Aos amigos e técnicos do LAMAFE Adão Santo Bolzan, José Carlos Botelho, José Carlos Risardi, Luis Carlos Bruno, pelo apoio, participação, dedicação, compartilhamento e infraestrutura dedicada.

Aos Professores que constituíram a Banca Examinadora pelas contribuições que, em muito, valorizaram o trabalho.

Aos amigos e companheiros de trabalho, Aparecido C. Gonçalves, Inácio Regiani, Luis A. Balestrero, Paulo Alberto Silveira Wrege, Regina Célia Chaves Regiani, Renato Jasinevicius e Rogério Akihide Ikegami, pela amizade, apoio, incentivo e pelas discussões ocorridas no período.

Ao engenheiro Volnei Tita pela introdução dos ensaios de elementos finitos na otimização do projeto da prensa isostática.

As técnicos do Departamento de Materiais-EESC-USP, José Silvano C. Lima e João Gerônimo Bernardi pelo apoio técnico prestado.

Em memória do Professor Alfredo Américo Hammar que com extrema sensibilidade disciplinou nossas pesquisas bibliográficas.

À FAPESP, pela ajuda financeira e pelo profissionalismo desempenhado pelos seus assessores.

Ao PADCT/CNPq pelos auxílios recebidos.

A todos os Professores, Funcionários e Alunos do Departamento de Engenharia Mecânica que sempre estiveram presentes e participativos.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	i
LISTA DE TABELAS	viii
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	ix
LISTA DE SÍMBOLOS	x
RESUMO	xii
<i>ABSTRACT</i>	xiii
1 INTRODUÇÃO	1
2 CERÂMICAS AVANÇADAS	7
2.1 Cerâmicas Estruturais	9
2.1.1 Aplicações de cerâmicas estruturais	10
2.2 Conformação de Cerâmicas Avançadas	22
2.2.1 Injeção de massa cerâmica	22
2.2.1.1 Comportamento reológico da mistura cerâmica injetável.....	26
2.2.1.2 Veículo orgânico (VO)	26
2.2.1.3 Técnicas de mistura	30
2.2.1.4 Conformação por injeção	30
2.2.1.5 Retração do corpo injetado	32
2.2.1.6 Extração do veículo orgânico	33
2.2.1.7 Defeitos e problemas da injeção de cerâmica.....	35
2.2.1.8 Moldes de injeção.....	36
2.2.2 Prensagem isostática	38
2.2.2.1 Moldes	41

3	REVISÃO DA TEORIA.....	43
3.1	Propriedades Mecânicas dos Materiais Cerâmicos e Suas Medidas	43
3.1.1	Resistência mecânica.....	44
3.1.2	Resistência teórica	46
3.1.3	Tenacidade à fratura	50
3.1.4	Medidas da resistência mecânica.....	51
3.1.5	Medidas da tenacidade à fratura	54
3.1.6	Estatística de Weibull	57
3.2	Desgaste Abrasivo de Materiais Cerâmicos.....	60
3.2.1	Coeficiente de atrito para cerâmicas	61
3.2.2	Mecanismo de desgaste.....	62
3.2.3	Desgaste e condições experimentais	68
3.2.4	Equipamentos de ensaios	70
3.3	Dimensionamento de Vasos de Pressão para Prensas Isostáticas	72
4	METODOLOGIA APLICADA.....	77
4.1	Formulações e Preparação da Matéria Prima.....	78
4.1.1	Moagem da alumina	79
4.1.2	Preparação da composição de alumina para a injeção cerâmica.....	82
4.1.3	Preparação da composição de alumina para a prensagem isostática.....	83
4.1.4	Matérias primas utilizadas	83
4.1.5	Equipamentos utilizados.....	85
4.2	Ensaio.....	86
4.2.1	Caracterização da microestrutura.....	86
4.2.2	Propriedades mecânicas	87
4.2.3	Resistência ao desgaste.....	88
5	PROJETO DA PRENSA ISOSTÁTICA, MOLDES, CONFORMAÇÃO E USINAGEM DOS CORPOS DE PROVA..	90
5.1	Prensa Isostática	91

5.1.1	Vaso de pressão.....	92
5.1.1.1	Dados técnicos do aço selecionado para a fabricação do vaso de pressão.....	94
5.1.1.2	Dimensões iniciais do vaso de pressão.....	95
5.1.1.3	Cálculo da espessura mínima do vaso de pressão.....	95
5.1.1.4	Verificação da máxima tensão	96
5.1.1.5	Verificação da máxima tensão devido a presença de uma trinca superficial interna.....	97
5.1.2	Tampa e sistema de fechamento	97
5.1.3	Unidade hidro-pneumática.....	100
5.1.3.1	O fluido.....	101
5.1.3.2	<i>Booster</i> hidro-pneumático	101
5.1.3.3	Diagrama hidráulico.....	103
5.1.3.4	Diagrama pneumático	104
5.1.4	Materiais e componentes utilizados.....	105
5.2	Moldes.....	106
5.2.1	Corpo de prova para compressão	106
5.2.1.1	Molde para prensagem isostática.....	106
5.2.1.2	Molde para injeção	109
5.2.2	O disco.....	113
5.2.3	O pino.....	113
5.3	Usinagem.....	115
5.3.1	Usinagem à verde.....	116
5.3.1.1	Retificadora de corpos de prova.....	116
5.3.1.2	Usinagem à verde dos corpos de prova.....	119
5.3.2	Usinagem após sinterização.....	123
5.3.2.1	Corpo de prova para compressão	123
6	ENSAIOS EXPERIMENTAIS, RESULTADOS E DISCUSSÕES....	125
6.1	Otimização da Distribuição Granulométrica.....	125
6.2	Desempenho dos Processos de Conformação e dos Moldes Associados	128

6.2.1	Desempenho do processamento da prensagem isostática....	128
6.2.2	Desempenho do processamento da injeção cerâmica.....	129
6.3	Caracterização das Microestruturas	135
6.3.1	Análise da matéria prima.....	136
6.3.1.1	Análise da microestrutura da alumina 96%	136
6.3.1.2	Análise da microestrutura da alumina 99,5%	138
6.3.2	Avaliação do processo de conformação através da microestrutura	141
6.3.2.1	Microestrutura obtida pela prensagem isostática	141
6.3.2.2	Microestrutura obtida pela injeção cerâmica	151
6.4	Análise da Resistência à Compressão	156
6.5	Análise da Resistência ao Desgaste	161
6.5.2	Resistência ao desgaste dos pinos prensados	162
6.5.2	Resistência ao desgaste dos pinos injetados	166
6.6	Desempenho da Prensa Isostática.....	171
6.7	Condições da Usinagem à Verde.....	172
7	CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES.....	173
7.1	Conclusões Parciais	173
7.2	Conclusões Gerais	178
7.3	Recomendações para Futuros Trabalhos	178
8	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	180

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.0.01	Novo conceito de projetos no desenvolvimento de cerâmicas estruturais super resistentes e super tenazes [NIIHARA (1991)]......	08
Figura 2.1.01	Esquema de prótese coxo-femural [ZAVAGLIA (1993)]......	16
Figura 2.1.02	Implante dentário de cerâmica densa com relevo na superfície [HEIMKE (1987)]......	18
Figura 2.2.01	Diagrama de Venn ilustrando a situação de melhor aplicação do processo de injeção de massas cerâmicas [GERMAN (1990)]	23
Figura 2.2.02	Etapas do processo de injeção de cerâmica	25
Figura 2.2.03	Ciclo básico de moldagem por injeção [GERMAN (1990)]	31
Figura 2.2.04	Alguns dos possíveis defeitos nos moldados por injeção que podem ser notados após a remoção do VO [GERMAN (1990)].	35
Figura 2.2.05	Desenho esquemático de um molde de injeção [GERMAN (1990)].	37
Figura 2.2.06	Esquema para obtenção de um produto por prensagem isostática [RICHERSON (1992)]......	38
Figura 2.2.07	Compressão das partículas cerâmicas pelo fluido pressurizado [ASHBY (1992)].	39
Figura 2.2.08	Desenho esquemático de um molde para prensagem isotática de um tubo cerâmico [McENTIRE (1984)]...	42
Figura 3.1.01	Curvas de tensão de tração x deformação para diversos materiais [GUY (1980)].	45
Figura 3.1.02	Representação da teoria de amplificação de tensão na ponta de uma trinca [ZANOTTO et al. (1991)].	48

Figura 3.1.03	Representação esquemática da validação dos critérios de GRIFFITH e IRWIN [ZANOTTO et al. (1991)]......	49
Figura 3.1.04	Fator de intensidade de tensão para os diferentes modos de carregamento [RICHERSON (1992)].	50
Figura 3.1.05	Comportamento da propagação de uma trinca em um material frágil sob ação de uma tensão compressiva [AWAJI et al. (1993)].	53
Figura 3.1.06	Modelo de ensaio compressivo com a inserção de assentos [AWAJI et al. (1993)]......	54
Figura 3.1.07	Técnicas aplicadas para determinação da tenacidade à fratura [QUINN et al. (1992)]......	55
Figura 3.1.08	Ilustração esquemática de uma fratura produzida pelo sistema de impressão Vickers, com carga máxima P, mostrando as dimensões características c e a do prolongamento das trincas radial/mediana e impressão de dureza, respectivamente [ANSTIS et al. (1981)].	56
Figura 3.1.09	Distribuição típica de Weibull [RICHERSON (1992)]. ..	59
Figura 3.2.01	Tipos de trincas introduzidas por atrito [KATO (1990)].	62
Figura 3.2.02	Modelo de desgaste de cerâmica [KATO (1990)]......	63
Figura 3.2.03	Relação teórica entre $K_{emax}/P_o\sqrt{c}$ e d/c [KATO (1990)].	64
Figura 3.2.04	Regimes da severidade do contato em deslizamento a seco de alumina com v, 4m/s e P, 20N [BLOMBERG et al. (1994)]......	65
Figura 3.2.05	Ilustração esquemática da superfície desgastada de mancais de alumina sujeitos ao desgaste severo [ANDERSSON et al. (1993)].	67
Figura 3.2.06	Mapas de desgaste de Al_2O_3 ilustrando os parâmetros de contorno com respeito aos diferentes regimes de velocidade e carregamento normal [BLOMBERG et al. (1994)]......	68
Figura 3.2.07	Equipamento de ensaio tipo <i>pin-on-disc</i> [PEREZ-UNZUETA et al. (1991)].	71
Figura 3.3.01	Representação de um defeito na parede de um vaso de pressão com parede estreita [ASHBY (1992)].	73

Figura 3.3.02	Distribuição de tensão em um cilindro de parede espessa e submetido à pressão interna p [ZHENG et al. (1995)].	74
Figura 3.3.03	Distribuição de tensão em um cilindro de parede espessa, com trinca superficial semi-elíptica e submetido à pressão interna p [ZHENG et al. (1995)].	75
Figura 4.1.01	Distribuição granulométrica obtida pela moagem da alumina calcinada 5SG [FORTULAN et. al. (1996)].	81
Figura 4.1.02	Desenho esquemático do corpo de prova para o ensaio de compressão (dimensões em mm) [AWAJI et al. (1993)].	88
Figura 4.1.03	Desenho esquemático, em a) o pino e em b) o disco empregado no ensaio de desgaste tipo <i>pin-on-disc</i> (dimensões em mm) [LIMA (1996)].	89
Figura 4.1.04	Desenho esquemático da montagem do pino cerâmico na haste metálica, em a) montagem desenvolvida por LIMA (1996) e em b) a configuração adotada neste trabalho (dimensões em mm).	89
Figura 5.1.01	Prensa isostática à frio via úmido	91
Figura 5.1.02	Desenho esquemático do vaso de pressão da prensa isostática (dimensões em mm).	96
Figura 5.1.03	Possibilidades de fechamento e travamento da tampa no vaso de pressão	98
Figura 5.1.04	Ilustração frontal e em corte da prensa isostática	99
Figura 5.1.05	Ilustração lateral e em corte da prensa isostática	99
Figura 5.1.06	Ilustração da montagem do grampo, tampa e vaso de pressão	100
Figura 5.1.07	Esquema básico de um <i>booster</i> hidropneumático para elevadas pressões	102
Figura 5.1.08	Apresentação do <i>booster</i> hidropneumático utilizado na prensa isostática	102
Figura 5.1.09	Diagrama hidráulico da prensa isostática	103
Figura 5.1.10	Ilustração anterior da prensa destacando a montagem da unidade hidráulica da prensa isostática	104
Figura 5.1.11	Diagrama pneumático da prensa isostática	105

Figura 5.2.01	Dimensões à verde obtida na usinagem do corpo de prova (dimensões em mm)	107
Figura 5.2.02	Desenho esquemático do molde para prensagem isostática (dimensões em mm).....	108
Figura 5.2.03	Tarugos prensados para obtenção dos corpos de provas à verde (à esquerda) e sinterizado (à direita)	109
Figura 5.2.04	Dimensões da cavidade do molde de injeção (dimensões em mm)	110
Figura 5.2.05	Desenho esquemático do molde de injeção	111
Figura 5.2.06	Molde de injeção do corpo de prova de compressão, aberto e com a cavidade preenchida	112
Figura 5.2.07	Corpo de prova recém injetado com o canal de alimentação	112
Figura 5.2.08	Discos prensados e o molde empregado na sua obtenção	113
Figura 5.2.09	Dimensões da cavidade do molde de injeção do pino (dimensões em mm)	114
Figura 5.2.10	Ilustração do molde de injeção do pino, em a) um corte do molde montado e, em b) vista em planta da placa inferior.....	114
Figura 5.2.11	Ilustração do molde do pino preenchido	115
Figura 5.3.01	Desenho esquemático da retificadora de corpos de prova verdes	118
Figura 5.3.02	Retificadora de corpos de prova construída	119
Figura 5.3.03	Montagem do tarugo obtido por prensagem isostática no suporte de giro	120
Figura 5.3.04	Usinagem do corpo de prova para compressão	121
Figura 5.3.05	Corte das faces do corpo de prova para compressão	121
Figura 5.3.06	Usinagem do pino prensado isostaticamente para o ensaio de desgaste	121
Figura 5.3.07	Corte das faces do pino prensado isostaticamente para o ensaio de desgaste.....	122
Figura 5.3.08	Corpos de prova antes e após a sinterização	122
Figura 5.4.01	Ilustração esquemática do dispositivo de usinagem das faces das bases dos corpos de prova.....	124

Figura 6.1.01	Varição da densidade aparente com a concentração de pós MB/MV.....	126
Figura 6.1.02	Distribuição granulométrica obtida com a mistura da alumina moída (20%MB/80%MV e 40%MB/60%MV).....	127
Figura 6.2.01	Ilustração de uma porção da MCI solidificada destacando os aglomerados formados durante a etapa de mistura e aquecimento.....	131
Figura 6.2.02	Defeitos de ruptura da camada externa do corpo de prova, em a) magnificação de 200 vezes e, em b) detalhe com magnificação de 1000 vezes.....	133
Figura 6.2.03	Ilustração dos principais defeitos ocorridos durante a remoção do VO, em a) os decorrentes da retração da camada externa e em b) os devido a evolução de vapores no interior do corpo.....	133
Figura 6.3.01	Preparação das amostras para caracterização da microestrutura (MEV).....	135
Figura 6.3.02	Microestrutura da Alumina 96% com magnificação de 2000 vezes.....	137
Figura 6.3.03	Microestrutura da Alumina 96% com magnificação de 500 vezes.....	137
Figura 6.3.04	Ilustração da impressão Vickers efetuada na Alumina 96%, P, 98N.....	138
Figura 6.3.05	Microestrutura da Alumina 99,5% com magnificação de 2000 vezes.....	140
Figura 6.3.06	Microestrutura da Alumina 99,5% com magnificação de 500vezes.....	140
Figura 6.3.07	Representação da impressão Vickers efetuada na Alumina 99,5%, P, 98N.....	141
Figura 6.3.08	Varição da densidade aparente com a pressão de prensagem isostática.....	142
Figura 6.3.09	Varição das retrações de sinterização com a pressão isostática.....	142
Figura 6.3.10	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 200MPa com magnificação de 5.000 vezes.....	145
Figura 6.3.11	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 200MPa com magnificação de 1.000 vezes.....	145

Figura 6.3.12	Representação da impressão Vickers efetuada na Alumina 99,5-200MPa, P, 98N.....	146
Figura 6.3.13	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 150MPa com magnificação de 5.000 vezes.....	147
Figura 6.3.14	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 150MPa com magnificação de 1.000 vezes.....	148
Figura 6.3.15	Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5-150MPa, P, 98N.....	148
Figura 6.3.16	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 100MPa com magnificação de 5.000 vezes.....	150
Figura 6.3.17	Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 100MPa com magnificação de 1.000 vezes.....	150
Figura 6.3.18	Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5-100MPa, P, 98N.....	151
Figura 6.3.19	Microestrutura da alumina 99,5% injetada a 0,7 MPa com magnificação de 5.000 vezes.....	154
Figura 6.3.20	Microestrutura da alumina 99,5% injetada a 0,7 MPa com magnificação de 1.000 vezes.....	154
Figura 6.3.21	Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5 injetada a 0,7MPa, P, 98N.....	155
Figura 6.4.01	Ilustração do corpo de prova preparado para compressão de fratura.....	156
Figura 6.4.02	Ensaio de compressão após ruptura, ilustrando o sistema implantado com bases de apoio e tubo de acrílico para proteção.....	157
Figura 6.4.03	Distribuição de Weibull para as tensões de fratura dos corpos prensados isostaticamente à 100MPa....	159
Figura 6.4.04	Fratura de um corpo de prova prensado isostaticamente a 100MPa e submetido ao ensaio de compressão.....	159
Figura 6.4.05	Ilustração da fratura de um corpo de prova injetado ...	160
Figura 6.5.01	Corpos utilizados para o ensaio de desgaste, em a) o disco e os pinos preparados e em b) o contato do sistema.....	162

Figura 6.5.02	Resultados da taxa de desgaste para os pinos prensados	164
Figura 6.5.03	Comportamento de desgaste dos pinos prensados em função da etapa de deslizamento	164
Figura 6.5.04	Superfície desgastada do corpo de prova prensado nº 2 após 3000m de deslizamento, em a) magnificação de 100 vezes, em b) 1000 e em c) 5000 vezes.....	165
Figura 6.5.05	Resultados da taxa de desgaste para os pinos injetados.....	167
Figura 6.5.06	Comportamento de desgaste dos pinos injetados em função da etapa de deslizamento	167
Figura 6.5.07	Superfície desgastada do corpo de prova injetado nº 5 após 3000m de deslizamento, em a) magnificação de 100 vezes, em b) 1000 e em c) 5000 vezes.....	168
Figura 6.5.08	Ilustração do volume desgastado do corpo de prova injetado nº 5, em a) volume total desgastado em 3000m de deslizamento e em b) a vista explodida do volume desgastado pelas diversas etapas de deslizamento	169
Figura 6.5.09	Taxa de desgaste média observada para os corpos prensados a 100MPa e injetados a 0,7MPa	170
Figura 6.5.10	Ilustração das superfícies desgastadas após 4000m de deslizamento em a) corpo de prova injetado a 0,7MPa, em b) prensado isostaticamente a 100MPa e em c) prensado isostaticamente a 150MPa.....	170
Figura 6.6.01	Prensa isostática projetada e construída.....	171

LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1.01	Tolerância máxima permissível para diferentes graduações de esferas [CUNDIL (1993)].	12
Tabela 2.1.02	Classificação de biocerâmicas [HENCH (1993)].	14
Tabela 2.1.03	Propriedades das aluminas de grau médico [HEIMKE (1987)].	16
Tabela 2.2.01	Vantagens e desvantagens do processo de injeção cerâmica [FORTULAN (1993b)].	25
Tabela 2.2.02	Possíveis formulações de veículos orgânicos (em % de peso) [GERMAN et al. (1991)].	29
Tabela 2.2.03	Relação dos tipos de defeitos com o estágio de processamento envolvido [EDIRISINGHE et al. (1988)].	36
Tabela 3.1.01	Valores dos módulos elásticos para materiais de uso comum em engenharia [RICHERSON (1992), CALLISTER (1994)].	46
Tabela 3.1.02	Comparação entre resistência teórica e a encontrada na prática [RICHERSON (1992)].	47
Tabela 4.1.01	Formulação da matéria prima empregada.	78
Tabela 4.1.02	Formulação do VO empregado.	83
Tabela 6.2.01	Tempo gasto na fabricação de um lote de 10 corpos de prova prensados isostaticamente.	128
Tabela 6.2.02	Tempo gasto na fabricação de um lote de 10 corpos de prova obtidos pelo processo de injeção.	129
Tabela 6.3.01	Observações das densidades aparentes e retrações dos corpos de prova injetados.	153
Tabela 6.4.01	Tensão de ruptura à compressão e a probabilidade de fratura dos corpos de prova prensados isostaticamente à 100 MPa.	158

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AFBMA	- Anti-Friction Bearing Manufactures Association
ASME	- American Society of Mechanical Engineers
ASTM	- American Society for Testing and Materials
DIN	- Deutsche Industrie Normenausschuss
ESR	- Electro Slag Refining
HIP	- Hot Isostatic Pressing
IF	- Indentation Fracture
IS	- Indentation Strength
ISO	- International Standards Organization
JIS	- Japanese Industrial Standard
LDPE	- Polietileno de baixa densidade
máx	- Máximo
MB	- Moinho de Bolas
MCI	- Mistura Cerâmica Injetável
MV	- Moinho Vibratório
PM	- Peso Molecular
PVAL	- Álcool Polivinílico
SEPB	- Single Edge Pre-cracked Beam
UHMWPE	- Polietileno de Ultra Alto Peso Molecular
VO	- Veículo Orgânico
VAD	- Vaccun Argon Degassing

LISTA DE SÍMBOLOS

a_0	Espaçamento atômico, [Å]
C_s	Coefficiente de eficiência de solda
c	Comprimento de contato, [μm]
D_{ap}	Densidade aparente, [g/cm^3]
D_{th}	Densidade teórica, [g/cm^3]
\bar{D}_{ap}	Densidade aparente média, [g/cm^3]
\bar{D}_{th}	Densidade teórica média, [g/cm^3]
E	Módulo de elasticidade, [Pa]
e	Espessura, [mm]
F_p	Fator de prensagem
F_N	Força normal, [N]
G	Módulo de cisalhamento, [Pa]
K_{IC}	Tenacidade de fratura, [$\text{N/m}^{1.5}$]
L	Comprimento, [m]
m	Módulo de Weibull
H	Dureza, [Pa]
H_v	Dureza Vickers, [N/m^2]
P_f	Probabilidade de fratura
P	Carga normal, [N]
P_0	Pressão hertziana, [N]
p	Pressão, [Pa]
R	Raio, [m]
R_a	Rugosidade superficial, [μm]

S	Sobre espessura de usinagem, [mm]
S_c	Severidade de contato
S_f	Coefficiente de segurança
T	Temperatura, [°C]
T_{amb}	Temperatura ambiente, [°C]
U_{rel}	Umidade relativa, [%]
V	Volume, [l]
v	Velocidade, [m/s]
W_r	taxa de desgaste, [mm ³ /Nm]
α	Coefficiente que indica proporcionalidade
γ	Deformação de cisalhamento
γ	Energia de fratura superficial
μ	Coefficiente de atrito
μ_i	Coefficiente de atrito com trincas fechadas
σ	Tensão, [Pa]
σ_{adm}	Tensão admissível, [Pa]
σ_f	Tensão de ruptura, [Pa]
σ_{th}	Tensão de resistência teórica, [Pa]
τ	Tensão de cisalhamento, [Pa]

RESUMO

FORTULAN, C.A. *Desempenho das cerâmicas estruturais associado aos métodos de conformação por injeção, prensagem isostática e projetos de equipamentos e moldes.* São Carlos, 1997. 189p. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.

As cerâmicas avançadas estruturais tem participado de projetos de engenharia em componentes sujeitos à solicitações complexas. A combinação única das propriedades que estes materiais apresentam tem atribuído a estas situações especiais a seleção unívoca destas cerâmicas. Entretanto, a seleção de um material não pode ser feita independentemente da seleção do processo de fabricação, forma e custo. A determinação de uma metodologia que avalie uma cerâmica estrutural é tão importante quanto sua própria seleção e processamento. Este trabalho apresenta as recentes tendências em aplicações de cerâmicas estruturais, a conformação por injeção cerâmica e por prensagem isostática, a elaboração de uma metodologia para avaliar o desempenho e a seleção do processo de conformação relacionada com as propriedades mecânicas, microestrutura e desgaste em deslizamento não lubrificado.

Palavras chaves: cerâmicas avançadas, cerâmicas estruturais, conformação, processamento, injeção cerâmica, prensagem isostática.

ABSTRACT

FORTULAN, C.A. *Performance of the structural ceramics associated to the forming methods for injection moulding, isostatic pressing and projects of equipments and moulds*. São Carlos, 1997. 189p. Tese (Doutorado) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo.

The advanced ceramics for structural applications are present in engineering design parts subjected to complex solicitations. Such a unique combination of properties make these ceramics the one-way solution for materials selection in special cases. However a selection of material cannot be made independently of the choice of manufacturing process, shape and cost. The determination of a methodology for the evaluation of the sintered ceramic parts reliability is as important as the selection and processing techniques. This work presents the recent trends in the structural advanced ceramics application, the cold forming isostatic pressing and injection processes moulding, the elaboration of a methodology for evaluation the performance and the choice of forming processes related with the mechanical properties, microstructure and unlubricated sliding wear.

Key-words: advanced ceramics, structural ceramics, forming, ceramic injection, isostatic pressing.

1- INTRODUÇÃO

A modernização tecnológica exige da engenharia o conhecimento e o desenvolvimento multidisciplinar. Na Engenharia Mecânica e na Engenharia de Materiais, diversas áreas de projeto participam das tomadas de decisões que envolvem desde aspectos funcionais, seleção de forma e materiais, até processos produtivos e de manufatura disponíveis. Somente através da seleção fundamentada de materiais, o engenheiro de hoje encontra um vasto número de materiais disponíveis no mercado. Esta seleção, quando feita corretamente, vem acompanhada pelo processo no qual o material será conformado e tratado posteriormente [LEBRETON et al. (1995), ASHBY (1992)].

As cerâmicas avançadas estruturais se apresentam como uma opção atrativa para a solução de inúmeros problemas de engenharia, principalmente quando aplicações sujeitas a solicitações complexas exigem materiais de alto desempenho. Produtos como mancais, implantes biocompatíveis, válvulas, selos mecânicos, pistões, camisas, guia fios e outros tem participação ativa no projeto de componentes de engenharia. O emprego de cerâmicas avançadas em componentes se faz principalmente quando se necessita da combinação de propriedades como elevada dureza, estabilidade dimensional e de forma, inércia química, refratariedade, e baixa densidade, dentre outras. A combinação única das propriedades que estes materiais apresentam, tem atribuído à situações especiais, a seleção unívoca destas cerâmicas [PASCUCCI et al. (1993)].

SMITH et al. (1994) relatam que o mercado de componentes de cerâmicas avançadas continua a crescer e muitas aplicações novas tem sido e serão desenvolvidas ainda neste século. Acrescenta que os desenvolvimentos destes produtos necessitam de um tempo relativamente elevado e longo compromisso com a comunidade financeira. VAN DER VOORDE, M. H. (1996) estima que a solução dos problemas técnicos das cerâmicas estruturais deve ocorrer entre os próximos 10 anos.

Uma das dificuldades encontradas pelo engenheiro na obtenção de produtos de cerâmicas avançadas estruturais está na conformação. O processo de conformação à base da compactação de pós e posterior sinterização tem dominado os processos de manufatura destes produtos [INOUE et al. (1989)]. A conformação de cerâmicas avançadas podem ser obtidas de diversas maneiras. Genericamente, são quatro os principais métodos de conformação e compactação: o de prensagem, o de moldagem plástica, o de colagem de barbotina e o *slip casting*.

A seleção dos processos de conformação e compactação é de fundamental importância e está relacionada com a aplicação, forma, nível de produção e custo do produto desejado. Esta escolha pode envolver dispendiosas matrizes, equipamentos de elevada potência e elevado custo operacional.

Dentre os métodos de conformação difundidos, dois, em especial, tem sido bastante aplicados na obtenção de cerâmicas avançadas: a injeção de massas cerâmicas e a prensagem isostática à frio. Ambos se deparam a nível nacional com problemas como a inexistência de equipamentos nacionais, a falta de critério para seleção do processo em função do produto desejado e a escassa divulgação dos resultados e problemas com sua utilização. Estes fatores prejudicam as empresas e grupos emergentes, os laboratórios de pesquisas e as pequenas e as médias empresas que não

dispõem de recursos para investimentos em processos produtivos e formação de recursos humanos.

Produtos em cerâmicas avançadas estruturais são quase sempre submetidos à elevados esforços mecânicos, ataques químicos e ao desgaste abrasivo. Algumas propriedades destas cerâmicas são inerentes ao material; outras, são também dependentes do processo de fabricação. Medidas da resistência mecânica, resistência ao desgaste, dureza e análise da microestrutura são ferramentas indispensáveis na determinação do desempenho de um produto cerâmico avançado [NIESZ (1983)]. KIM et al. (1994) comentam que dados confiáveis de projeto e previsão da vida útil de componentes de cerâmica sob condições de desgaste não são disponíveis. Para que as cerâmicas sejam amplamente aplicadas, uma metodologia de caracterização e dados confiáveis do desempenho destes componentes são fundamentais.

Os produtos e componentes obtidos pelos processos de prensagem isostática e injeção cerâmica apresentam características inerentes ao processo, algumas são positivas e outras negativas. O emprego do processo de prensagem isostática para a fabricação de produtos geralmente inclui uma etapa de usinagem à verde. Esta etapa é a principal responsável pela introdução de defeitos e tensões. Já, o processo de injeção permite a obtenção do produto na forma final; entretanto, incorpora defeitos típicos do processo como linhas de solda, vazios, depressões e outros. Alguns destes defeitos são de difícil controle, outros são previsíveis e controláveis através do projeto adequado de moldes/equipamentos e da otimização das condições de processamento.

A associação das características e propriedades de um produto cerâmico com o método de conformação não é encontrada na literatura. Esta tese constitui-se na verificação deste vínculo, acrescida da viabilidade de expansão para aplicações com n-produtos e n-processos.

O desenvolvimento desta tese consiste inicialmente na obtenção de um banco de dados com as características típicas destes processos de conformação para em seguida vincular estes dados com os requisitos necessários ao projeto do produto cerâmico estrutural. O banco de dados é obtido à partir de informações obtidas pela produção e ensaios de corpos de prova conformados por injeção de cerâmica e prensagem isostática (utilizando-se da mesma matéria prima e de um mesmo lote) e, pela compilação de dados disponíveis na bibliografia pesquisada.

Outra hipótese a ser investigada é a verificação de compatibilidade entre os processos de conformação em função de suas características de processamento. Neste trabalho verifica-se se há e, qual é, a condição de prensagem isostática que seja compatível com a injeção cerâmica à baixa pressão (0,7 MPa).

Na obtenção dos corpos de prova, todas as etapas do processamento são controladas desde o recebimento da matéria prima; moagem e mistura, controle da distribuição granulométrica, características dos processos conformação, usinagem, sinterização e preparação final para os ensaios. Este controle, indispensável, permite que outros pesquisadores possam analisar e participar intensivamente dos resultados obtidos e das conclusões apresentadas.

Conjuntamente ao desenvolvimento da tese, consideram-se os projetos de equipamentos e moldes desenvolvidos para a efetivação do trabalho. A participação das características e variáveis utilizadas nestes

projetos podem influenciar, e muito, no desempenho dos produtos. Algumas características são estabelecidas e apresentadas. Nelas, procura-se evitar a manifestação dos defeitos previsíveis e controláveis e procura-se estabelecer níveis de capacidade, de qualidade, de funcionalidade e de segurança.

Para a realização deste trabalho, foi necessário o desenvolvimento de capítulos subsequentes, cujas principais descrições são comentadas.

A **Revisão do estado da arte** atualiza as informações sobre os produtos de cerâmicas avançadas para fins estruturais, suas principais aplicações e as características e considerações sobre os métodos de conformação por injeção e por prensagem isostática.

Através da **Revisão da teoria**, são apresentados os fundamentos das propriedades mecânicas das cerâmicas avançadas e suas medidas, as propriedades de desgaste, as técnicas de projeto, cálculos e segurança de vasos de pressão para prensas isostáticas.

Com a **Metodologia aplicada** obtém-se e avaliam-se os corpos de prova, comenta-se o processamento da matéria prima, a descrição dos equipamentos de processo, e os ensaios envolvidos.

Com os **Projetos da prensa isostática, moldes e corpos de prova** introduz-se a prensa isostática tipo *wet bag*, os moldes envolvidos nos processos de conformação e as técnicas empregadas na fabricação dos corpos de prova.

Através dos **Ensaio experimentais, resultados e discussões** são apresentadas as condições experimentais e tratamentos estatísticos, bem como a apresentação e interpretação dos resultados obtidos.

Nas **Conclusões e recomendações** são concluídas as análises do desempenho do trabalho e da metodologia aplicada e são apresentadas as propostas para trabalhos futuros.

As **Referências bibliográficas** trazem as bibliografias citadas que foram utilizadas na elaboração e orientação do trabalho.

2- CERÂMICAS AVANÇADAS

As cerâmicas avançadas são materiais que apresentam elevado desempenho e são aplicáveis nas mais diversas áreas da tecnologia como a eletrônica, nas telecomunicações, nas de sensoriamento, biotecnologia e aplicações estruturais. São obtidas à partir de cuidadosa combinação química, microestrutura controlada e sofisticados processos de fabricação, gerando um campo de materiais com combinações únicas de propriedades [PASCUCCI et al. (1993)].

As propriedades obtidas nas cerâmicas avançadas incluem a estabilidade e rigidez à alta temperatura, resistência ao desgaste, resistência à corrosão, alta rigidez dielétrica e transparência eletromagnética [PASCUCCI et al. (1993)].

SMITH et al. (1994) classificam as cerâmicas avançadas em 4 áreas específicas, a cerâmica estrutural, a cerâmica eletrônica, os compósitos e os recobrimentos de cerâmica.

As **cerâmicas estruturais** são aquelas sujeitas a elevadas solicitações e incluem os componentes sujeitos ao desgaste, os componentes de bombas e válvulas, componentes de motores automotivos, as ferramentas e matrizes de corte e os componentes biomédicos.

As **cerâmicas eletrônicas** incluem os substratos e suportes para semicondutores, capacitores, piezoelétricos, resistores e termo-resistores.

Os **compósitos** de matriz cerâmica e matriz metálica são os mais novos segmentos nas famílias de materiais avançados. Em cerâmicas estruturais encontram-se os micro-compósitos e os nano-compósitos, o hibridismo entre o micro e nano-compósitos tem sido apresentado como um novo conceito em desenvolvimento de cerâmicas super resistentes e super tenazes (Figura 2.0.1) [NIIHARA (1991)].



Figura 2.0. 1- Novo conceito de projetos no desenvolvimento de cerâmicas estruturais super resistentes e super tenazes NIIHARA (1991).

Os **recobrimentos cerâmicos**, ainda que grande parte de suas aplicações sejam empregadas como soluções provisórias para superar as deficiências das cerâmicas monolíticas, tem desenvolvido seu próprio segmento de mercado e se destacam nesta década como uma das mais crescentes áreas de aplicação.

2.1- Cerâmicas Estruturais

As cerâmicas estruturais, que podem ser entendidas como "material cerâmico estrutural avançado", são aquelas que são aplicadas em equipamentos que devem apresentar alto desempenho em altas temperaturas e sob solicitações elevadas. Os materiais que satisfazem estes requisitos são a zircônia parcialmente estabilizada (PSZ), o nitreto de silício, o carbeto de silício, a alumina e os materiais conjugados [SANTOS (1988)].

Estas cerâmicas geralmente são submetidas à elevadas solicitações mecânicas que, frequentemente, acarretam fadiga e fracasso do componente. Em geral são frágeis, tem suas características dependentes do processamento envolvido e apresentam elevado custo. Progressos na engenharia cerâmica tem sido obtidos lentamente e a um longo tempo. A solução dos problemas técnicos das cerâmicas estruturais é prevista para ocorrer entre os próximos 10 anos [VAN DER VOORDE, M. H. (1996)].

As cerâmicas estruturais representam cerca de 20% do mercado das cerâmicas avançadas dos Estados Unidos. Nesta última década, com o emprego da alta tecnologia de processamento conseguiu-se obter cerâmicas estruturais de alto desempenho em escala de produção comercial. Isto permitiu que a demanda deste produto tivesse importante progresso [VAN DE VOORDE, (1991)]. O mercado Americano das cerâmicas estruturais foi estimado para 1994 em \$45 milhões de dólares americanos e está estimado para o ano 2.000 em \$83 milhões, representando um crescimento anual de 10.7% no período [GEIGER (1995)].

2.1.1- Aplicações de cerâmicas estruturais

Aplicações de produtos em cerâmica avançada estão hoje entre as mais importantes opções de engenharia. Algumas áreas concentram produtos com propriedades semelhantes como mancais, partes sujeitas ao desgaste, bio-cerâmicas, ferramentas de usinagem, indústria automotiva, indústria eletrônica e outras. As classificações das cerâmicas estruturais podem ser obtidas em função dos materiais e processamentos envolvidos. Alguns dos produtos estruturais possíveis de serem desenvolvidos à partir do presente trabalho foram investigados e são comentados.

a) Mancais

Os mancais de cerâmica tem sido empregados em aplicações de extremas temperaturas, geralmente mancais de elementos rolantes e em situações de ultra-precisão ou ainda em mancais hidrodinâmicos, hidrostáticos e aerostáticos. Nestas aplicações destacam-se as cerâmicas poli e monocristalinas (safira ou rubi). Os principais mancais em cerâmicas estruturais são apresentados.

i) Mancais de elementos rolantes

Os mancais de rolamentos fabricados à partir de esferas de cerâmicas, tem substituído os fabricados com esferas de aço em aplicações nobres. As esferas de cerâmica são mais leves, apresentam melhor estabilidade térmica e a mesma qualidade dimensional para um acabamento superficial superior [CUNDIL (1993)]. Outra vantagem destes mancais é a elevada resistência térmica, a qual permite o seu uso em altas velocidades. As cerâmicas tem aproximadamente 50% da densidade do metal duro (compósito de matriz metálica e reforço de carvão de

tungstênio) e 40% da densidade de aços especialmente destinados a aplicações em mancais. A menor força centrífuga dos mancais cerâmicos aumenta a vida em relação a fadiga e melhora o desempenho nas altas velocidades [STEVENS (1983)].

O emprego de esferas como elementos de rolamentos pode ser feito em *mancais cerâmicos*, ou seja mancais totalmente produzidos com materiais cerâmicos (normalmente para aplicações de elevadas temperaturas e sem lubrificantes), ou em *mancais híbridos*, constituídos de anéis metálicos com esferas de cerâmicas. Esta segunda opção é a que mais se apresenta em usos generalizados [CUNDIL (1993)].

Diversos são os tipos de materiais cerâmicos empregados para esferas de mancais bem como diferentes composições e microestruturas são também empregadas. Mas, dentre eles, o nitreto de silício tem-se mostrado como um dos que melhor combina as propriedades físicas e mecânicas para uso em mancais [(CUNDIL 1993)].

O processamento envolvido na fabricação de elementos rolantes deve-se a três principais etapas: a conformação, a usinagem e a lapidação. Normalmente o processo de conformação destas esferas envolve a compactação de pós na forma de um *blank* de esfera. O método preferido para conformação tem sido o de prensagem isostática à quente (HIP) que oferece 100% da densidade teórica. O *blank* obtido pelo processo de conformação à frio pode ser usinado à verde numa fase de desbaste ou usinado por retificação com diamante após a queima. Às vezes são utilizados ambos os processos. O acabamento superficial é normalmente obtido através de lapidação com pós ou pastas de diamante. O tempo de lapidação é bem superior ao utilizado em esferas de aço e pode ser elevado a uma nova ordem de grandeza se o acabamento do *blank* for pobre.

A Qualidade dimensional segue as normas de qualidade internacional para mancais de rolamentos as quais incluem a ISO 3290, AFBMA 10 E DIN 5401. A Tabela 2.1.1 apresenta as máximas tolerâncias em graduação de esferas para aplicações em mancais.

A Qualidade superficial para esferas de nitreto de silício pode ser encontrada com acabamento superficial com rugosidade na faixa 0,002 a 0,050 μm (R_a). Para esferas cerâmicas produzidas por métodos convencionais obtém-se valores na faixa de 0,005 a 0,008 μm . Este nível equivale a melhor qualidade obtida para esferas metálicas.

Tabela 2.1.1 - Tolerância máxima permissível para diferentes graduações de esferas [CUNDIL (1993)].

Graduação da esfera	Tamanho	Varição do diâmetro	Desvio de esfericidade	Desvio de circularidade	Rugosidade superficial R_a
-	mm	μm	μm	μm	μm
3	3-13	0,08	0,08	0,13	0,012
5	13-25	0,13	0,13	0,25	0,020
10	25-50	0,25	0,25	0,50	0,025

ii) Guias lineares e mancais aerostáticos

Em máquinas ferramentas de ultra precisão as guias lineares e os mancais aerostáticos tem sido fabricados com materiais cerâmicos avançados. A estabilidade dimensional, a rigidez, o baixo coeficiente de expansão térmica, a inércia química e a menor densidade (menor inércia de movimento) são as propriedades que tem promovido estas aplicações. [FURUKAWA et al. (1986) PURQUERIO et al. (1994)]

A alumina tem predominado no emprego destes componentes; compósitos alumina-zircônia ou zircônia parcialmente estabilizada também tem sido utilizados. O método de conformação predominante para a

obtenção destes componentes é o de prensagem isostática seguido de usinagem e lapidação.

b) Biocerâmicas para implantes

"**Biomateriais** são materiais de implante que entram em contato com fluídos tissulares, são farmacologicamente inertes que incorporam ou substituem matéria viva que deixou de ter sua função" [GOISSIS (1994)].

As *Biocerâmicas*, uma das classes dos biomateriais, foram inicialmente aplicadas como implante dentário e o seu emprego na medicina é relativamente novo. A maior vantagem do uso dos materiais biocerâmicos em relação aos outros materiais vem a ser a biocompatibilidade, a alta resistência à corrosão e em alguns casos a elevada resistência ao desgaste e elevada rigidez [PARK (1994)].

O emprego de biocerâmicas em organismos humanos datam da época dos egípcios. NIEDERAUER et al. (1991) relatam que encontraram nas bocas de múmias egípcias algumas obturações e dentes artificiais de cerâmicas. Em 1892, DREESMAN publicou o uso de gesso para preenchimento de defeitos ósseos e 30 anos após ALBEE & MORRISON fizeram a primeira publicação sobre o uso de fosfato tricálcio para o preenchimento dos vazios ósseos, ambos aplicados a usos dentários [NIEDERAUER et al. (1991)]. Substituições de dentes por porcelana e cerâmica a base de alumina ocorreram em período próximo a 1930 (PASCUCCI et al. 1993). Somente após 1960 iniciaram pesquisas e desenvolvimentos relevantes de biocerâmicas na área de próteses [PASCUCCI et al. (1993)].

As biocerâmicas se apresentam em uma enorme variedade de materiais: monocristais, policristais, vidros, vitro-cerâmicas e compósitos. [HENCH (1993)].

HENCH (1993) classifica as biocerâmicas de acordo com o tipo de adesão óssea. O mecanismo de adesão está diretamente relacionado com o tipo de resposta óssea na interface do implante. Afirma "***Não existe material implantado no tecido vivo que seja completamente inerte***". Para quatro tipos de respostas existem diferentes meios que possibilitam a adesão do sistema músculo-esqueleto. Estas respostas dependem do tipo do material do implante e são classificadas de acordo com a Tabela 2.1.2.

Tabela 2.1.2- Classificação de biocerâmicas [HENCH (1993)].

Tipo de biocerâmica	Tipo de fixação	Descrição da adesão	Materiais
Praticamente inerte	Morfológica	Crescimento ósseo nas irregularidades da superfície com ação de adesivo ou por pressão conveniente no defeito ou vazio.	Monocristais e alumina policristalina.
Porosa para intracrescimento	Biológica	Ocorre o intracrescimento ósseo, com fixação mecânica do osso no material.	Alumina policristalina porosa e metais revestidos com hidroxiapatita.
Superfície reativa	Bioativa	Adesão química diretamente com o osso.	Vidros bioativos ou hidroxiapatita.
Reabsorvível	Reabsorvível	Cerâmicas são lentamente substituída por osso.	Sulfato de cálcio, fosfato tricálcio, sais de fosfato de cálcio.

Se o material é tóxico, o tecido envolvente morre. Por outro lado, se o material é não tóxico e biologicamente inativo, um tecido fibroso de espessura variável ocorre entre o implante e o tecido. Neste caso o tecido não é quimicamente ou biologicamente unido, ele pode se mover facilmente, levando ao desprendimento do implante e resultando em eventual fracasso [HENCH (1993)].

Se o material é inerte e poroso, uma adesão interfacial se forma devido ao crescimento do tecido para dentro dos poros superficiais ou através do implante. O aumento da área superficial aumenta a resistência ao movimento do implante no tecido. Contudo, este implante pode estar mais sujeito a fadiga que o implante denso.

As biocerâmicas com fins estruturais, se referem às biocerâmicas cristalinas praticamente inertes, e aos compósitos cerâmica-cerâmica.

i) Biocerâmicas cristalinas praticamente inertes

O material de maior aceitação para aplicação bioinerte é a alumina (Al_2O_3). A Alumina de alta densidade e alta pureza foi a primeira biocerâmica largamente utilizada clinicamente. É hoje muito empregada nos mancais das próteses de quadril e implantes dentários devido a combinação de excelente resistência à corrosão, boa biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e alta rigidez. Embora alguns implantes dentários sejam monocristais de safira, muitas aplicações são obtidas com o emprego de Alumina- α policristalina. Pequenas quantidades de Magnésia (MgO) (< 0,5 %) são utilizadas como aditivo de sinterização o que limita o crescimento do grão [HEIMKE (1987), HENCH (1993)]. A Tabela 2.1.3 apresenta as propriedades requeridas das cerâmicas de alumina de aplicação médica.

Outro material que vem sendo aplicado como material bioinerte é a zircônia (ZrO_2), a qual pode ser encontrada na natureza como pedra preciosa ou obtida sinteticamente pela dissociação do silicato de zircônio e posterior estabilização das fases. Quando a estabilização de fases é feita parcialmente, esta confere ao produto policristalino um aumento da tenacidade. Por apresentar um coeficiente de atrito menor e uma melhor tenacidade que a alumina, a zircônia tem recebido atenção em aplicações em próteses de mancais, em particular, nas cabeça de fêmur (Figura 2.1.1).

Tabela 2.1.3- Propriedades das aluminas de grau médico [HEIMKE (1987)].

Propriedades	Unidade	Cerâmica de acordo com: ISO 6474, ASTM F603-83, DIN 58.8353	Bio-cerâmica
Densidade	g/cm ³	>3,9	>3,98
Alumina	%	>99,5	>99,9
SiO ₂ e óxidos de metais alcalinos	%	<0,1	<0,05
Tamanho médio do grão da microestrutura	μm	<7	<2,5
Microdureza	MPa	23.000	23.000
Resistência à compressão	MPa	4.000	4.000
Resistência à Flexão	MPa	>400	>450
Módulo de Young	MPa	380.000	380.000
Resistência ao Impacto	cm.Mpa	>40	>40
Resistência ao desgaste	mm ³ /hr	0,01	0,001
Resistência a corrosão	mg/m ² .dia	<0,1	<0,1

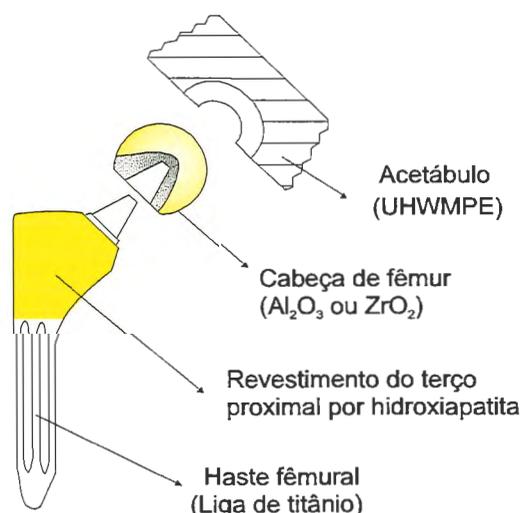


Figura 2.1. 1- Esquema de prótese coxo-femural [ZAVAGLIA (1993)].

ii) Compósitos cerâmica-cerâmica.

A zircônia tem sido adicionada em matrizes de alumina (como inclusões nos grãos de alumina) para propiciar o aumento da tenacidade e desvio da propagação de trinca, para com isso obter-se um aumento da tensão de fratura [ZAVAGLIA (1993)].

iii) Aplicações de biocerâmicas com fins estruturais

As aplicações de biocerâmicas para implante encontram-se nas mais diversas áreas, sendo que as principais podem ser citadas em implantes ortopédicos, implantes dentários, preenchimento de espaços ósseos, reconstrução maxilofacial, dispositivos ortopédicos de fixação, cirurgia de espinha, cimento de preenchimento, suporte de enzimas e outras [HENCH (1993), ZAVAGLIA (1993)].

iv) Implantes biocerâmicos ortopédicos

A aplicação de biocerâmica nesta área é encontrada principalmente na substituição de osso. A prótese femural é o exemplo que tem despertado interesse nos dias de hoje. ZAVAGLIA (1993) sugere um projeto moderno que constitui basicamente de uma haste metálica que suporta a cabeça de fêmur cerâmica (esférica) que é acoplada a um acetábulo de material polimérico (UHMWPE). Este projeto aplica biocerâmica em conjunto com bio-material polimérico e biometal. A biocerâmica aplicada na cabeça de fêmur pode ser de alumina ou zircônia e a que reveste o terço proximal da haste metálica, pode ser de hidroxiapatita (Figura 2.1.1).

v) Implantes dentários

Implantes de raízes de dentes são inseridos nos ossos da mandíbula no espaço deixado por dentes extraídos para restabelecerem suas funções originais. Após inserido cada implante é recoberto com uma membrana da gengiva e é aguardado um período de 4 a 8 meses para cura do osso e ósseo-integração do implantado. Após este período, a gengiva é cortada para expor o implante. A região central deste implante possui um furo onde é fixada uma haste que é posteriormente acoplada a um dente

sintético. A Figura 2.1.2 ilustra um implante dentário em alumina densa. Em sua superfície foram gerados baixos relevos (pequenas crateras), ranhuras longitudinais além de uma progressiva diminuição diametral. Estes detalhes superficiais facilitam a adesão óssea, e a fixação dos graus de liberdade do implante [HEINKE (1987), NIEDERAUER (1991)].

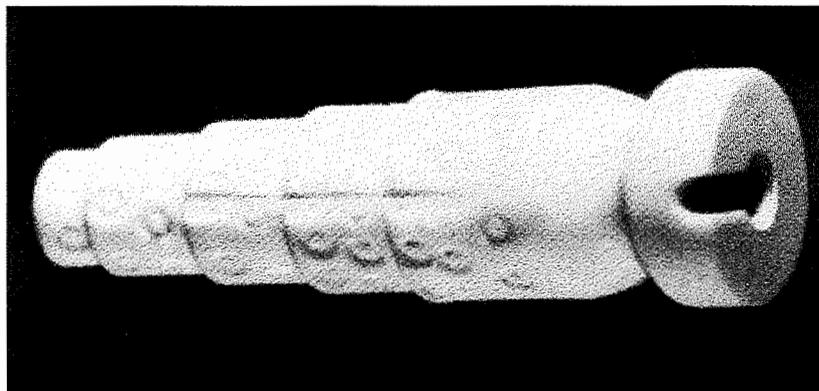


Figura 2.1. 2- Implante dentário de cerâmica densa com relevo na superfície [HEIMKE (1987)].

Raízes de dentes feitas em compósitos cerâmicos pré-carregados podem aumentar a tenacidade e resistência à fratura do implante. O emprego de zircônia finamente dispersada em matriz de alumina pode ser uma alternativa [NIEDERAUER (1991), ZAVAGLIA (1993)].

c) Cerâmicas sujeitas ao desgaste

Nestas cerâmicas, as principais solicitações são relativas a dureza e aos esforços mecânicos, entretanto, dependendo da aplicação específica, outras propriedades são exigidas. Os produtos mais frequentes desta área são os rebolos abrasivos, as ferramentas de usinagem, os meios de moagem, as válvulas, os selos mecânicos, os guia fios têxteis e metálicos dentre outras.

i) Meios de Moagem

Na moagem de pós de cerâmicas avançadas ou cerâmicas de pureza controlada, utilizam-se largamente os moinhos de bolas. Estes moinhos consistem de tambores revestidos de cerâmica e carregados até a metade com esferas de cerâmica e o material a ser moído. Sob rotação, as esferas fazem um movimento em cascata no interior do tambor. O atrito e o impacto entre as esferas fazem com que as partículas cerâmicas entre elas se desgastem e fraturem. Desta maneira, ocorre a moagem com a diminuição do tamanho das partículas do pó cerâmico.

No Brasil é possível adquirir esferas nacionais de cerâmica (teor de 87% de Al_2O_3) para moagem a um custo médio de 8\$ Dólares Americanos por quilograma. Segundo VEIGA et al. (1989), a NGK, através de sua empresa NTK, detêm parcela significativa do mercado nacional de peças cerâmicas com funções estruturais. Esta parcela é de aproximadamente 80% do mercado nacional que é estimado em US\$ 10 milhões, sendo que 90% é atribuído aos elementos de moagem.

Dos materiais empregados para a produção de esferas de moagem, os materiais mais largamente utilizados são as composições com elevado teor de Al_2O_3 (acima de 85%). Utiliza-se também composições de Zircônia parcialmente estabilizada para a indústria eletrônica e porcelana para indústria cerâmica de artesanato. Entretanto, para aplicações especiais (eletrônica, implantes ósseos, elementos químicos, e outras), onde a contaminação pelo desgaste das esferas do moinho é prejudicial, torna-se necessário produzir esferas com o mesmo material dos produtos cerâmicos em processo, ou com materiais inócuos.

O processamento envolvido na produção de elementos de moagem esféricos estão relacionados com as suas dimensões. As mais

solicitadas pelo mercado são as esferas com diâmetros próximos a 13, 20, 30, 50, e 60 mm. Para as dimensões maiores que 20 mm utiliza-se preferencialmente o processo de prensagem isostática. Já, para esferas cujo diâmetro estão abaixo de 20 mm utiliza-se o processo de prensagem uniaxial, devido a significativa perda de produção que a prensagem isostática passaria a ter na produção destas pequenas esferas.

ii) Válvulas e selos mecânicos

Válvulas de cerâmica avançada são aplicadas em meios muito agressivos, incluindo fluxo de líquidos e gases carregados com meios sólidos abrasivos, processos químicos com líquidos altamente corrosivos, recuperação de gases e outras aplicações semelhantes. As propriedades requeridas pelas válvulas são alta dureza, baixo coeficiente de atrito, elevada resistência à corrosão, e tolerância à altas temperaturas. O baixo coeficiente de expansão térmica das cerâmicas é também importante na manutenção da folga entre as superfícies. O acabamento superficial é extremamente importante para aplicações em válvulas, particularmente no uso em pressões elevadas [STEVENS (1983)].

Para estas aplicações, as válvulas de esferas em cerâmica avançada competem com as válvulas fabricadas em aço inoxidável, carbeto de tungstênio com depósito superficial de níquel e aços cromados [STEVENS (1983)]. São utilizadas comercialmente válvulas globo, válvulas antiretorno e sedes de válvulas. Os materiais empregados nas válvulas geralmente são composições de elevado teor de Alumina (>85%), principalmente devido ao baixo custo. O SiC, nestas aplicações, destaca-se principalmente pela sua alta resistência a corrosão/erosão. Entretanto, nestes últimos 5 anos o emprego de zircônia parcialmente estabilizada tem se tornado popular, devido a alta resistência ao choque térmico e mecânico que este material pode suportar. Este material tem atendido em particular as

válvulas antiretorno, devido aos choques mecânicos inerentes [PASCUCCI (1993)].

O Processamento envolvido para a conformação de válvulas de esferas é o de prensagem isostática, acompanhado de usinagem do blank e posterior lapidação. O processo de injeção de cerâmica também se mostra atrativo para a produção de válvulas pois dispensa a usinagem do blank.

d) Cerâmicas para uso automobilístico

Um automóvel incorpora de 15.000 a 20.000 partes. Inúmeros materiais são empregados em sua fabricação, incluindo o aço, o alumínio, os plásticos, as borrachas, as tintas, os vidros e as cerâmicas. Os componentes cerâmicos, iniciando pela vela de ignição, que data do início da fabricação dos automóveis, somam hoje pouco mais que 30 componentes. Suas principais aplicações são representadas pelos catalisadores/substratos, sensores de oxigênio, termistores e aplicações em fototransistor [TAGUCHI (1987)].

A participação ainda pequena das cerâmicas estruturais em automóveis deve-se principalmente às características de fratura frágil, propagação subcrítica de trincas, elevado espalhamento dos valores de suas propriedades, sensibilidade ao choque térmico e fadiga [RAZIM et al. (1991)]. Entretanto, com o desenvolvimento de novos materiais, principalmente os compósitos e novos processos de fabricação, a aplicação de componentes em cerâmica estrutural tem crescido e deve aumentar seu emprego na indústria automobilística. Dentre as principais, destacam-se as cabeças de pistões para motores diesel, rotores de turbina e os sistemas de válvulas. As cerâmicas não óxidas são os materiais mais promissores para essas aplicações estruturais [TAGUCHI (1987); MATSUHIRO et al. (1994)].

2.2- Conformação de Cerâmicas Avançadas

A conformação de produtos de cerâmicas avançadas geralmente é feita pela compactação de pós cerâmicos. Posteriormente, quando sua forma for complexa, efetua-se uma usinagem do corpo compactado ainda à verde. Genericamente, quatro são os principais grupos de conformação de cerâmicas avançadas: o de prensagem (prensagem uniaxial, prensagem isostática, prensagem à quente, prensagem isostática à quente), o de moldagem plástica (extrusão, injeção, compressão, laminação), o de colagem de barbotina (em molde de gesso, sob pressão em molde poroso, centrifugação, sob vácuo) e o *tape casting* (*Doctor Blade, Waterfall*) [RICHERSON (1992); ZORZI (1995)].

Para a obtenção de cerâmicas avançadas estruturais dois métodos de conformação tem se destacado: a injeção de massas cerâmicas e a prensagem isostática. Estes processos apresentam baixo custo e facilidade de processamento e quando automatizados, apresentam alta taxa de produção.

2.2.1- Injeção de massa cerâmica

O processo de injeção de massas cerâmicas ou injeção cerâmica consiste basicamente na injeção de um veículo orgânico fundido carregado com pós cerâmicos no interior da cavidade de um molde. Com a solidificação do veículo orgânico obtém-se a peça conformada à verde. Remove-se a parte orgânica da peça conformada e esta é densificada por sinterização [FORTULAN et al. (1993a), MANGELS et al. (1994)].

Este processo apresenta como principais características a possibilidade de conformação de produtos com formas complexas com um

custo relativo baixo e elevado desempenho. Este processo foi aplicado nos anos de 1930 na fabricação de velas de ignição vindo a ser substituído pela prensagem isostática. Embora a União Soviética tenha aplicado o processo de injeção cerâmica comercialmente na década de 1950, somente após 1960 o interesse por este processo foi renovado, devido principalmente ao desenvolvimento de rotores de turbinas automotivas, de fabricação inviável por qualquer outro processo. O diagrama de Venn, ilustrado na Figura 2.2.1, apresenta um esquema de seleção para aplicação do processo de injeção na etapa de conformação. As três considerações básicas são expressas por círculos. A interseção dos três círculos é a área mais atrativa para a aplicação do processo de injeção cerâmica [EDIRISINGHE (1986^a); GERMAN (1990); MANGELS (1984); MANGELS et al. (1994)].

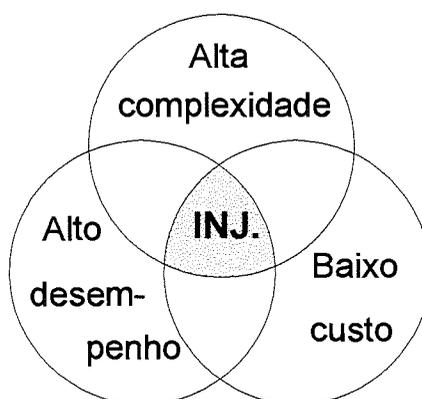


Figura 2.2. 1- Diagrama de Venn ilustrando a situação de melhor aplicação do processo de injeção de massas cerâmicas [GERMAN (1990)].

O processo de injeção também oferece oportunidades para novas composições. Ao lado dos materiais tradicionais baseados nos processos de conformação do pó (metalurgia do pó), este processo pode ser utilizado para conformação de aço inoxidável, aço carbono, aço liga, ligas de tungstênio, ligas de cobalto, fibras cerâmicas reforçando matrizes cerâmicas ou matrizes de compósitos metálicos bem como para uma variedade de compósitos [GERMAN (1990); KARANDIKAR et al. (1987)]. Outra vantagem do processo de injeção de pós é a possibilidade da co-moldagem de

diferentes materiais, isto é, um produto com uma parte formada por um material e outra formada por um segundo material. Esta opção tem recebido mérito em formação de barreiras de condução, superfícies de desgaste e interconecções elétricas [GERMAN (1990)].

Geralmente este processo pode ser obtido através de três tipos de sistemas de injeção: o sistema termoplástico, o sistema termocera e o sistema termorrígido. Para cada sistema, diferentes tipos de equipamento e parâmetros de processamento são encontrados.

- *Sistema termoplástico*, uma mistura polimérica contendo termoplástico na forma de pós é adicionada ao pó cerâmico e submetida a um aquecimento para adquirir uma consistência plástica. Essa mistura polimérica é injetada dentro da cavidade de um molde mais frio onde ocorre o seu resfriamento e solidificação, conferindo resistência mecânica ao injetado.
- *Sistema termocera*, análogo ao sistema termoplástico porém com o uso de termocera ao invés de polímero. Este sistema tem sido usado com maior frequência recentemente. Sua maior vantagem advém da baixa viscosidade da mistura fundida que requer menores pressão e temperatura de injeção.
- *Sistema termorrígido*, neste utiliza-se de um polímero termorrígido e pode ser realizado em duas etapas. Na primeira, é feito um aquecimento brando da mistura polímero-cerâmica conferindo-lhe um estado viscoso que permite a injeção para dentro da cavidade do molde; na segunda, a mistura é definitivamente aquecida dentro do molde para que haja a reação do polímero, conferindo resistência mecânica termicamente irreversível ao injetado.

O processo para obtenção de peça cerâmica por injeção pode ser descrito esquematicamente e consiste basicamente de cinco etapas (Figura 2.2.2). Existem vantagens e desvantagens do processo de injeção cerâmica sobre os processos convencionais, algumas delas são apresentadas na Tabela 2.2.1.

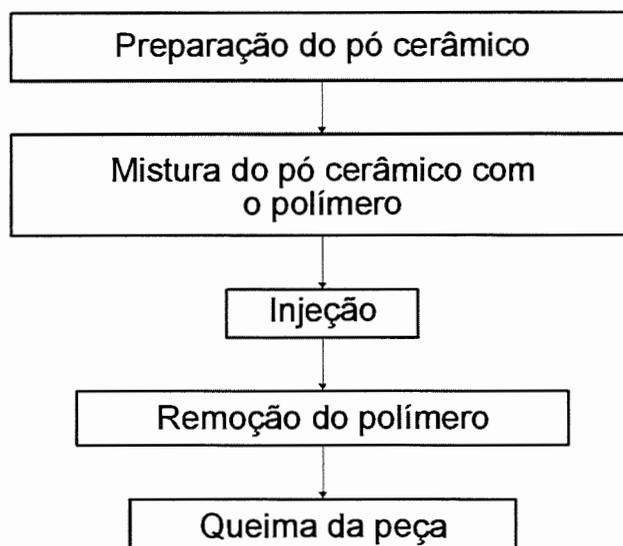


Figura 2.2. 2- Etapas do processo de injeção de cerâmica.

Tabela 2.2.1- Vantagens e desvantagens do processo de injeção cerâmica.

[FORTULAN (1993b)].

Vantagens	Desvantagens
Menor necessidade de usinagens posteriores	Menor densidade da peça verde
Execução de formas complexas	Dificuldade para remoção do veículo orgânico
Redução de etapas de fabricação	Dificuldade na fabricação de peças espessas
Possibilidade de automação	Maior propensão defeitos internos
Obtenção de peças com espessuras relativamente finas	
Baixo custo de operação	
Melhor desempenho	

2.2.1.1- Comportamento reológico da mistura cerâmica injetável

O Comportamento reológico da mistura cerâmica injetável (MCI) é uma função sujeita às propriedades e características do veículo orgânico e do pó cerâmico. MARKHOFF et al. (1984) comentam que a situação ideal é aquela que representa um balanço entre a manutenção das propriedades reológicas da moldagem plástica e um mínimo de quantidade de veículo orgânico, que garantem uma baixa retração de sinterização e baixa taxa de rejeição por distorção.

Algumas características do pó cerâmico tem muita influência no comportamento reológico da MCI a saber: a concentração de sólidos, a distribuição do tamanho de partículas, a área superficial, a forma, o efeito dos aglomerados e a molhabilidade.

2.2.1.2- Veículo orgânico (VO)

O veículo orgânico é o componente da mistura cerâmica injetável (MCI) que possibilita a conformação do produto. Embora o veículo orgânico não participe do produto final, ele é o componente que tem a maior influência no sucesso do processamento. O limite da quantidade que o VO pode participar de uma MCI estabelece o compromisso entre as características fluídas e a estabilidade do produto conformado. Em aplicações de técnicas comerciais, valores de 35 a 40% em volume de VO são admissíveis [SPUR et al. (1995)].

O veículo orgânico é misturado com o pó cerâmico para a obtenção da MCI. Ele tem uma forte influência no empacotamento das partículas, aglomerados, mistura, reologia, conformação, extração dos componentes (do próprio VO), acuracidade dimensional, defeitos e

características químicas dos compactos injetados. O VO representa um compromisso entre várias propriedades desejadas. A seleção do VO ideal é dependente da aplicação específica de cada produto e processo e as propriedades da MCI normalmente mais desejadas são as descritas a seguir [GERMAN et al. (1991)].

a) Características fluídicas:

- viscosidade abaixo de 10 Pa.s na temperatura de moldagem;
- baixa alteração da viscosidade com a temperatura durante a moldagem;
- resistência e rigidez após o resfriamento;
- moléculas pequenas para favorecer o preenchimento entre partículas.

b) Interação do pó:

- baixo ângulo de contato e boa adesão com o polímero;
- atração capilar das partículas;
- quimicamente inerte com o pó.

c) Remoção dos componentes:

- múltiplos componentes com diferentes pontos de fusão;
- produto de decomposição não tóxico, e não corrosivo;
- baixo conteúdo residual;
- baixo conteúdo metálico;
- temperatura de decomposição acima da temperatura de mistura e moldagem;
- taxa de degradação térmica sem variações súbitas.

d) Manufatura:

- não cara e disponível;
- segura e circunstancialmente aceitável;

- longa vida, não higroscópico, sem componentes voláteis;
- não degradável por ciclagem térmica;
- alta taxa de lubrificação;
- alta resistência e rigidez;
- alta condutividade térmica;
- baixo coeficiente de expansão térmica;
- solúvel em solventes comuns;
- baixo peso molecular, sem tendência à orientação.

Uma formulação de veículo orgânico pode ser composta por quatro principais categorias de componentes.

- *Componente principal*, em geral este componente determina as propriedades finais do VO. São geralmente utilizados como componente principal o polietileno de baixa densidade, o polipropileno, o poliestireno, o polimetilmetacrilato e o poliacetato de vinila.
- *Componente secundário*, normalmente utiliza-se de uma termocera ou óleo, que possa ser facilmente removido na etapa de extração do VO. Em geral este componente é necessário para a formação de poros que auxiliarão a retirada dos demais componentes. É aconselhável que este componente tenha baixa volatilidade. Para este componente são normalmente empregados a cera de parafina, a cera microcristalina e óleos vegetais.
- *Plastificante*, a principal função deste componente secundário é conferir um aumento da fluidez da MCI. Para este componente são normalmente empregados cera de carnaúba, cera de abelha, dimetil-ftalato e dietil-ftalato.

- *Auxiliar de processamento*, este componente secundário é utilizado como *surfactant* do pó cerâmico. Ele fornece a molhabilidade entre o VO e o material cerâmico durante a mistura. São normalmente empregados como *surfactants* o ácido esteárico, ácido oléico, óleo de peixe e óleo vegetal.

É possível, entretanto, que um mesmo material possa contribuir com comportamento ambíguo. Também é possível que um componente do veículo orgânico venha a participar da formulação cerâmica. Isto pode ocorrer quando os resíduos de sua decomposição forem materiais inorgânicos, como por exemplo o óleo de silicone que tem resíduos com aproximadamente 47% em peso de SiO₂ [EDIRISINGHE et al. (1987)]. A Tabela 2.2.2 apresenta algumas formulações típicas de veículo orgânico.

Tabela 2.2.2- Possíveis formulações de veículos orgânicos (em % de peso)
[GERMAN et al. (1991)].

Material/Formulação	a	b	c	d	e	f
Cera de parafina	70		33	69		25
Cera microcristalina	20	22				
Polipropileno		67		20	5	
Polietileno			33			
Ácido esteárico		11	1	1	5	
Cera de carnaúba				10		
Poliestireno					45	
Óleo vegetal					45	
Metil etil cetona	10					
Cera de abelha			33			
Estearato butílico						10
Resina epóxi						65

2.2.1.3- Técnicas de mistura

Esta etapa é a principal responsável pela obtenção de uma mistura homogênea, livre de aglomerados, ótima relação MCI/VO, e manutenção da fluidez de moldagem. A operação de mistura envolve o transporte de material que produz o arranjo espacial necessário aos componentes individuais, na qual os primeiros mecanismos associados com o processo são os mecanismos de transporte. Estes mecanismos geram três classes de mistura: difusão, laminar e dispersão. O mecanismo de dispersão é o mais importante deles, pois evita a orientação de aglomerados ou elementos (VO ou cerâmicos).

Fluídos com baixa viscosidade (10-100 Pa.s) são normalmente misturados em tanques de agitação com batedor simples, duplo batedores, batedores do tipo Z ou do tipo sigma. A limitação destes misturadores é a tendência à formação de espaços vazios quando a temperatura está um pouco abaixo da temperatura de fusão do VO, dificultando assim a obtenção de uma mistura homogênea [MUTSUDDY (1989)].

2.2.1.4- Conformação por injeção

Segundo GERMAN (1990) os termoplásticos e as termoceras prevalecem como veículos nos processos de injeção cerâmica. De modo simplificado, a moldagem destes sistemas consiste no aquecimento da MCI à uma temperatura relativamente elevada para que haja a fusão da mistura, e a mistura fundida é então forçada para dentro da cavidade onde é posteriormente refrigerada, assumindo assim a forma compacta. O objetivo da moldagem é obter um produto livre de vazios, de ar e com uma distribuição homogênea do pó. O fundido deve ter viscosidade suficientemente baixa para fluir livremente para dentro do molde e com a

mínima tensão residual possível e, ao mesmo tempo, com o mínimo custo no menor ciclo de tempo possível.

Basicamente, o ciclo de injeção pode ser descrito em cinco principais etapas, a saber (Figura 2.2.3):

- 1^a, inicialmente a mistura é aquecida no vaso através da combinação de aquecedores externos e plastificação mecânica, obtida pela movimentação do fuso ou batedores;
- 2^a, em seguida o molde é preenchido a uma taxa de vazão elevada, mas, que evita jatos;
- 3^a, esta etapa inicia quando o molde já esta preenchido, nela o fluxo ocorre a uma taxa *gotejante*, aumentando a pressão na cavidade;
- 4^a, após o canal de alimentação ter solidificado a pressão externa é removida;
- 5^a, nesta etapa o molde é resfriado.

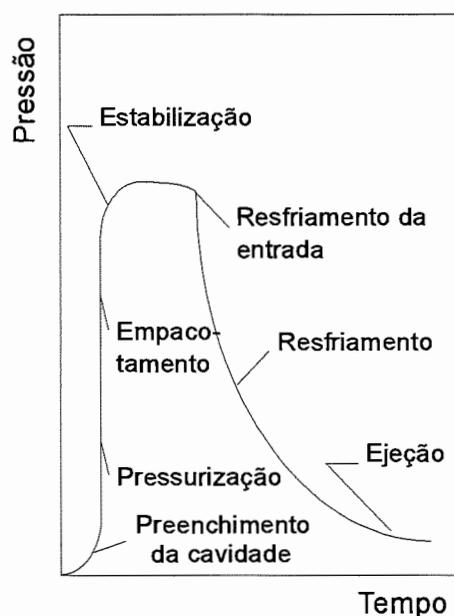


Figura 2.2. 3- Ciclo básico de moldagem por injeção [GERMAN (1990)].

Os parâmetros de moldagem são altamente dependentes das características das partículas, da formulação do VO, da viscosidade da mistura fundida, do projeto do molde e das condições de operação da máquina. As considerações destes parâmetros são:

- o tempo para obtenção do corpo compacto varia normalmente entre 5 e 60 segundos, com valor típico de 20 segundos;
- a taxa de preenchimento do molde é aproximadamente de $T=1,5\text{cm}^3/\text{s}$;
- a pressão pode ser tão alta quanto 60 MPa;
- a temperatura normalmente se encontra numa faixa em torno de 200°C.

Embora o processo de injeção cerâmica seja similar ao de termoplásticos, estas condições normalmente diferem das encontradas na injeção desses.

2.2.1.5- Retração do corpo injetado

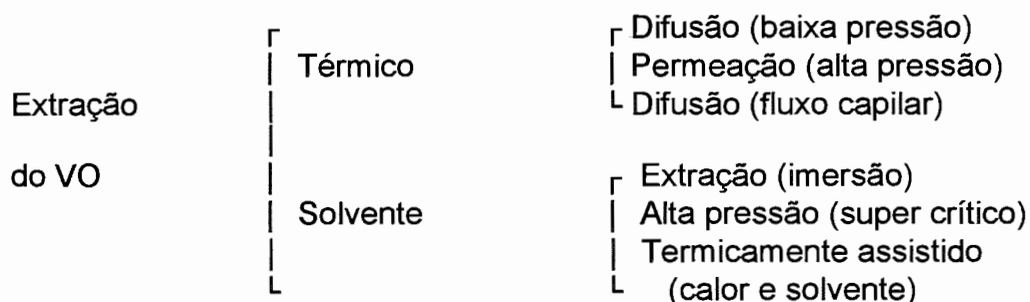
São muitos os tipos de retrações em um processo de injeção que devem ser considerados no projeto de um molde. Em primeiro lugar, vem a retração do corpo moldado por contração linear durante o resfriamento na cavidade. Posteriormente, uma leve retração é associada com a atração das partículas por ação capilar que ocorre durante a remoção do VO. Finalmente, a maior contribuição na retração é devida a remoção de poros durante a sinterização. Na prática, valores das retrações obtidas no processo de injeção cerâmica podem ser obtidos através de equipamentos de metrologia convencional. São esperados para retrações globais valores em torno de 15 a 22% dependendo do processo e método utilizado [FORTULAN et al. (1993c)].

2.2.1.6- Extração do veículo orgânico

Após a moldagem da peça, a próxima etapa é a de remoção do VO; esta talvez seja a etapa mais crítica do processo de injeção de cerâmica. São encontrados na literatura ciclos de tempos relativamente longos para execução desta etapa, em alguns casos dias ou semanas. Muitas vezes as soluções tem sido particularizadas, resultando períodos próximos à 2 horas, porém, normalmente, estas soluções são apresentadas superficialmente ou omitidas [JOHNSSON et al. (1994); SHUKLA et al. (1989)].

Erros na remoção do VO podem resultar em trincas e deformação na peça injetada. Quando o VO é aquecido ele amolece e o injetado se torna incapaz de resistir às tensões de cisalhamento causadas pela ação da gravidade, ou mesmo aos efeitos do gradiente térmico e das bolsas internas de vapor. Para manter a forma do injetado estável é necessário um atrito inerente partícula-partícula no material. Os componentes do VO devem ser extraídos através dos poros como um fluido (líquido ou vapor), sem distorção ou contaminação do injetado [GERMAN (1990)].

GERMAN (1990) avalia seis técnicas de remoção do VO, consistindo de processos térmicos e solventes, a saber:



Pelo processo de extração térmica o polímero pode ser removido na forma de gases por difusão ou permeação acompanhada de decomposição térmica, ou rompimento das cadeias, ou mesmo por depolimerização. Geralmente a difusão será dominada por pressão muito baixa, enquanto a permeação será dominada por tamanho de poros maiores e maiores pressões.

A extração por solvente envolve a imersão do moldado em um fluído que dissolve alguns dos componentes do VO, levando assim à uma estrutura porosa mais aberta para subsequente extração por evaporação dos demais componentes.

Outra possibilidade para extração do VO é aquecendo o injetado com um solvente ou vapor reativo em um processo apresentado para degradação por vapor. A alternativa de extração por solvente está na remoção do VO por mobilização térmica, por degradação, evaporação ou difusão no material [GERMAN (1990)].

Na prática, estas 6 técnicas freqüentemente são combinadas para acelerar o ciclo de remoção.

O uso de um VO de múltiplos componentes deve ser adotado. Seus componentes devem ter propriedades térmicas e químicas distintas entre si, para que possam serem removidos progressivamente e separadamente [ANGERMANN et al. (1992); GERMAN (1990)].

Historicamente, a remoção do VO do injetado tem sido uma etapa lenta no processo de injeção de cerâmica. As técnicas mais eficientes de extração são a combinação da extração por solvente e evaporação ou difusão e evaporação. Alguns experimentos usando apenas a técnica de

evaporação requerem acima de 300 horas para remoção completa do VO. Condições ótimas de extração tem sido particularizadas e podem ocorrer em período próximo a 2 horas. Em geral, dependendo da espessura do injetado, normalmente encontra-se tempo de extração entre 2 e 60 horas. A extração térmica é a mais utilizada na prática [GERMAN (1990)].

2.2.1.7- Defeitos e problemas da injeção de cerâmica

O processo de injeção de cerâmica pode apresentar uma série de defeitos que ocorrem durante o processamento. Em cada etapa do processamento uma série de defeitos típicos pode surgir. Os defeitos mais comuns são a perda da forma do injetado através de distorções, empenamento, depressão, formação de crateras, manchas descoloridas, trincas internas, trincas externas, chupagem, bolhas, linhas de solda e outros. A Figura 2.2.4 ilustra um esquema de vários defeitos em uma seção de um moldado espesso. EDIRISINGHE et al. (1988), apresenta na Tabela 2.2.3 uma relação entre os tipos de defeitos com o estágio de processamento envolvido.

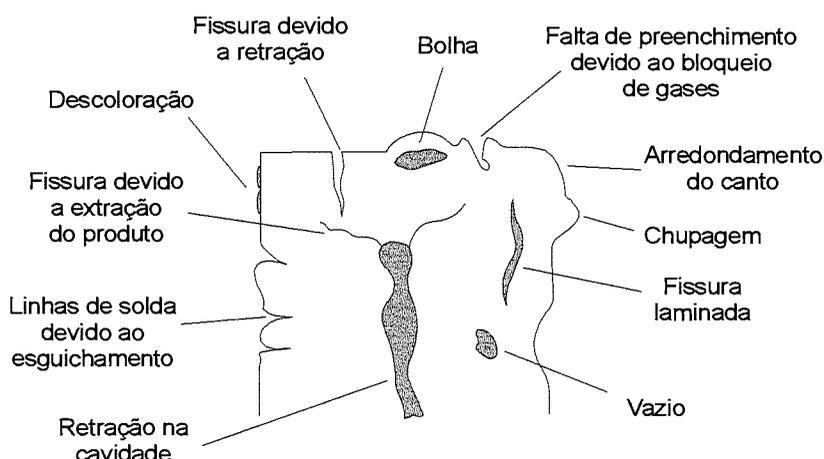


Figura 2.2. 4 Alguns dos possíveis defeitos nos moldados por injeção que podem ser notados após a remoção do VO [GERMAN (1990)].

Tabela 2.2.3- Relação dos tipos de defeitos com o estágio de processamento envolvido
[EDIRISINGHE et al. (1988)].

Estágio	Tipo de defeito
Mistura	<ul style="list-style-type: none"> - aglomerados não dispersados. - veículo orgânico não dispersado. - contaminação abrasiva pelo equipamento de mistura. - contaminação com material degradado no equipamento de mistura.
Preenchimento do molde	<ul style="list-style-type: none"> - linhas de solda. - jatos. - contaminação abrasiva pela injetora.
Solidificação	<ul style="list-style-type: none"> - vazios relacionados com a retração. - vazios relacionados com a umidade residual da MCI. - trincas relacionadas à retração.
Ejeção	<ul style="list-style-type: none"> - deformações devido ao pino ejetor. - deformações no volume ou trincamento. - bolhas causadas por deformação térmica na cavidade.
Repouso	<ul style="list-style-type: none"> - trincamento devido à tensão residual induzida.
Extração do VO	
Estágio 1 do aquecimento	<ul style="list-style-type: none"> - deformação causada por relaxamento da tensão residual. - defeito devido à tensão residual induzida. - trincamento devido à degradação térmica.
Estágio 2 do aquecimento	<ul style="list-style-type: none"> - inchaço causado por evolução de produtos gasosos. - depressão.
Estágio 3 do aquecimento	<ul style="list-style-type: none"> - trincas causadas pela evolução de produtos gasosos. - trincas causadas pela não uniformidade da remoção do VO. - trincamento ou deformação associada aos efeitos gravitacionais. - laminação da superfície. - resíduo de contaminação.

2.2.1.8- Moldes de injeção

Os moldes para injeção de cerâmicas são muito semelhantes aos empregados na injeção de polímeros. Esse aspecto permite que as técnicas de projeto de moldes utilizadas na injeção polímeros sejam empregadas com relativa adaptação na injeção de massas cerâmicas [WREGGE et al. (1994a)].

WREGGE (1994b) apresentou as adaptações básicas da técnica de projeto de moldes para injeção de polímeros necessárias para serem aplicadas na injeção de cerâmicas.

Em um molde de injeção de cerâmica, a parte mais importante é a cavidade que possui a forma do injetado. Esta cavidade tem dimensões superiores à da peça desejada para compensar a sua retração. No molde, em torno da cavidade existem vários outros componentes tais como os elementos para abertura e fechamento da cavidade, a ejeção do moldado, o alinhamento das sessões do molde, o movimento de insertos, o resfriamento do moldado, e outros. O projeto de um molde é dependente do tipo de injetora, do produto a ser produzido e da produção requerida. À partir destas condições, os componentes necessários variam em complexidade e em número [WREGGE (1994)]. A Figura 2.2.5 apresenta um desenho esquemático de um molde de injeção e seus componentes básicos.

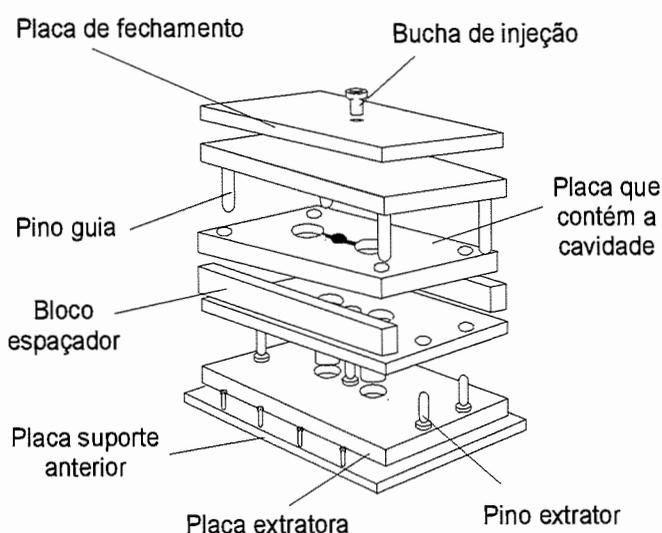


Figura 2.2. 5- Desenho esquemático de um molde de injeção [GERMAN (1990)].

STANCIU (1984) comenta que os principais parâmetros a serem considerados em projetos de moldes são a dinâmica do fluxo, a pressão do fluido, a saída de gases, o desgaste, a parte geométrica, a economia e a automação.

2.2.2- Prensagem isostática

O processo de prensagem isostática, tradicionalmente conhecido pela fabricação de velas de ignição automotiva, destaca-se pela uniformidade e elevada qualidade resultante dos produtos obtidos. Teve, provavelmente, seu primeiro sucesso conhecido em torno de 1913 pela WESTING-HOUSE LAMP, na fabricação de compactos em bruto de pós metálicos. Entretanto, aplicações comerciais, em larga escala, somente ocorreram após 1930 [AUSTIN et al. (1976)]. Atualmente, a prensagem isostática tem seu emprego muito difundido e é indispensável na conformação de cerâmicas avançadas.

Em princípio, trata-se de um molde flexível (elastomérico) cuja cavidade é preenchida com pós cerâmicos e posteriormente selada (estanque). Colocado dentro de um vaso, o molde é prensado isostaticamente através de um fluido pressurizado (Figura 2.2.6). O fluido, quando pressurizado, comprime o molde em todas as direções gerando o compacto à verde. Pressões na ordem de 70 a 500 MPa são utilizadas nesse procedimento (Figura 2.2.7).

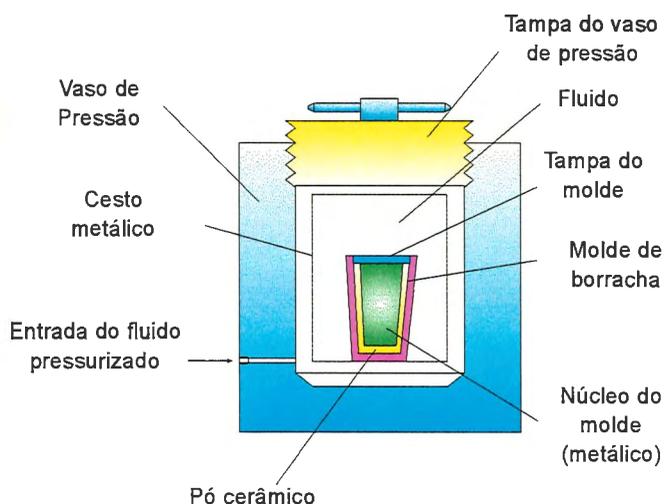


Figura 2.2. 6- Esquema para obtenção de um produto por prensagem isostática [RICHERSON (1992)].

A prensagem isostática é particularmente aplicada a produtos que apresentam formas cilíndricas. Vazios internos, todavia, podem ser obtidos com a adição de um núcleo metálico dentro do molde elastomérico. Tais núcleos podem apresentar roscas e escalonamentos no diâmetro, cujos detalhes são transferidos para os produtos. Já a superfície externa pode receber acabamento por usinagem ainda à verde. Entretanto, outras formas podem ser obtidas pelo emprego da prensagem isostática após a conformação prévia por outros processos. Isto é possível com o revestimento à vácuo do produto compactado com um fino filme elastomérico.

Variações na concepção de prensas isostáticas foram desenvolvidas, sendo que as principais são agrupadas em prensas isostáticas à frio e prensas isostáticas à quente. As prensas isostáticas à frio são ainda subdivididas em dois grupos: prensas via úmido e prensas à seco.

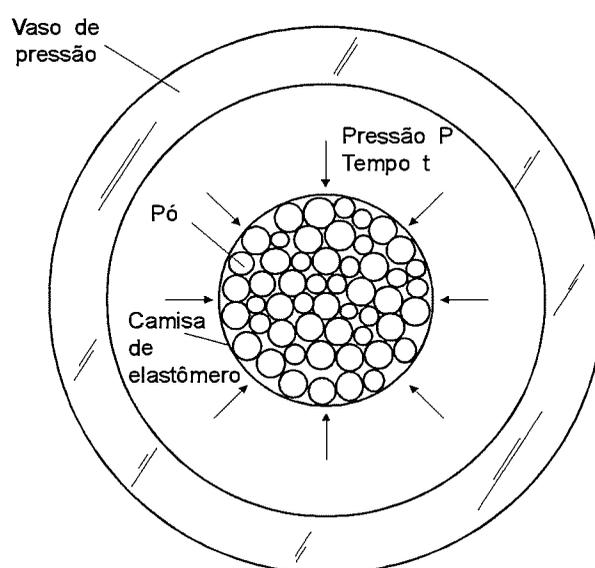


Figura 2.2. 7- Compressão das partículas cerâmicas pelo fluido pressurizado [ASHBY (1992)].

Na prensagem isostática via úmido, o operador tem contato com o fluido em cada alimentação e descarga dos moldes. Nessa prensagem é possível introduzir vários moldes no interior do vaso, permitindo a obtenção de uma enorme diversificação de produtos, porém, com baixo volume de produção.

Na prensagem isostática à seco, o operador não entra em contato com o fluido, pois o molde é integrado ao vaso de pressão, nela a tampa do molde é a própria tampa do vaso. Neste processo a troca do molde não ocorre com frequência, o que o torna favorável para a produção de componentes de pequenas dimensões e formas geométricas simples, como por exemplo, os isoladores de velas de ignição. A possibilidade de automação a alto nível pode ser efetuada nestas prensas, obtendo-se elevada taxa de produção a um custo relativamente baixo.

A prensagem isostática a frio é o método mais empregado pela indústria cerâmica. Pelo fato de serem líquidos pressurizados à temperatura ambiente no interior do vaso, algumas vezes este processo é referenciado como prensagem hidrostática. Comercialmente são aplicadas pressões na faixa de 7 a 200 MPa.

A prensagem isostática por explosão foi utilizada inicialmente na metalurgia do pó, mas raramente foi empregada pela indústria cerâmica. Neste caso a pressão é aplicada pela detonação de uma carga de explosivo, resultando em uma pressão extremamente alta que conforma a peça em um período de tempo muito curto.

A prensagem isostática à quente é um processo no qual a pressão e temperatura são aumentadas independentemente e simultaneamente.

2.2.2.1- Moldes

Os moldes para prensas isostáticas via úmido são independentes do vaso de pressão. A limitação de seus tamanhos é dependente apenas do tamanho interno do vaso de pressão. McENTIRE (1984) comenta que, embora a prensagem isostática tenha sido utilizada à muitos anos, poucas publicações apresentam com detalhes o projeto dos moldes. Historicamente, os projetos de moldes para prensas isostáticas via úmido, tem sido desenvolvidos de forma empírica.

O projeto de um molde deve ser baseado no conhecimento das características de compactação da peça e a sua posterior retração de sinterização. Estas características são sujeitas à variações relativas do material e aos diferentes lotes de produção. Apenas dimensões aproximadas podem ser conseguidas no produto prensado. Variações dimensionais com $\pm 5\%$ da dimensão nominal são consideradas excelentes [McENTIRE (1984)]. Em muitas circunstâncias, a usinagem da peça à verde é necessária. O seu projeto deve ser cuidadoso a fim de evitá-la ou minimizá-la, pois isto implica em perda de material e introdução de defeitos.

O molde para prensagem isostática é constituído de dois componentes básicos: uma estrutura rígida, que serve como suporte para manutenção da forma e incorporação de vazio interno e uma camisa elastomérica e flexível. Os materiais empregados na estrutura rígida variam de polímeros rígidos à aços de elevada resistência, e os empregados nas partes flexíveis variam de borracha natural à poliuretanos.

No molde, quando este possuir um núcleo interno, deve-se cuidar da seleção dos materiais. Este elemento estará sujeito à tensão compressiva, que é intensificada pela presença da tampa do molde. Deve também apresentar compatibilidade química com o pó em processo, ser

resistente ao desgaste e quando houver o desgaste, este não deve comprometer a qualidade da cerâmica. Entre os materiais de uso mais frequente para os núcleos estão o aço inoxidável, o latão e o aço carbono revestido com cromo.

A camisa de elastômero é um dos principais elementos do molde. Dentre os materiais empregados em sua fabricação destacam-se as borrachas naturais, os filmes de polietileno, o neoprene, a borracha de silicone e o poliuretano. O poliuretano é o elastômero mais empregado e apresenta a possibilidade de obtenção em uma larga faixa de dureza (25 a 70 shore A), alta resistência à abrasão e alta resistência ao rasgo. É quimicamente compatível com muitos materiais, incluindo alguns solventes e óleos e apresenta também excelentes efeitos lubrificantes. A Figura 2.3.8 ilustra um esquema de molde para prensagem isostática de tubos cerâmicos.

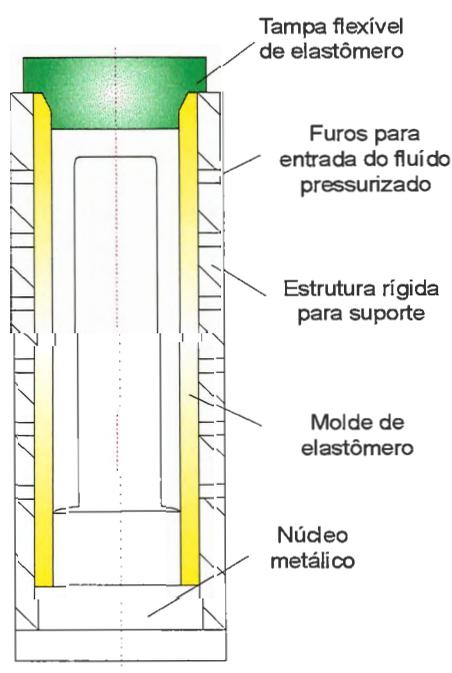


Figura 2.2. 8- Desenho esquemático de um molde para prensagem isostática de um tubo cerâmico [McENTIRE (1984)].

3- REVISÃO DA TEORIA

Os materiais cerâmicos apresentam propriedades e características únicas de interesse das aplicações de engenharia. Entretanto, na aplicação desses produtos, o fracasso de alguns componentes inibem seu emprego em larga escala. O desenvolvimento de um estudo teórico correlacionado com o comportamento prático desses produtos que apresente informações e condições confiáveis para a predição do desempenho de um componente estrutural é portanto indispensável. Para esse estudo, o entendimento das propriedades mecânicas, os métodos de medidas, a ferramenta estatística e a resistência ao desgaste devem ser consideradas.

O relacionamento do projeto de equipamentos e moldes com o desempenho do produto e processo cerâmico é estreito. Considerações de projeto de vasos de pressão para emprego em prensas isostáticas também são investigadas. O vaso de pressão é o elemento mais crítico em uma prensa, deve ter suas características e seu desempenho completamente garantido e diagnosticado periodicamente. O conhecimento de suas limitações, desgaste por fadiga e métodos de diagnose deve ser entendido, interpretado e divulgado para todos os usuários do equipamento.

3.1- Propriedades Mecânicas dos Materiais Cerâmicos e Suas Medidas

Os materiais cerâmicos apresentam comportamentos mecânicos, sob diversos aspectos, superiores ao de outros materiais. Entretanto, algumas de suas características são negativas. A principal característica que inibe aplicações em engenharia com fins estruturais é a fratura frágil. Estes materiais

normalmente não apresentam deformação plástica apreciável e sua resistência ao impacto é reduzida, isto é, apresentam baixa tenacidade [ZANOTTO et al. (1991)].

Outra dificuldade encontrada nos materiais cerâmicos é a enorme variação na resistência à fratura entre corpos de prova ou peças de um mesmo lote, podendo apresentar um valor de resistência máxima equivalente ao dobro da mínima [ZANOTTO et al. (1991)].

Os materiais cerâmicos também sofrem o fenômeno conhecido como fadiga estática, que leva à diminuição da resistência da fratura com o tempo sob aplicação de carga [ZANOTTO et al. (1991)].

3.1.1- Resistência mecânica

Quando é aplicada uma tensão em um material cerâmico, há uma deformação relativa com relação a uma pequena variação que ocorre nos espaçamentos atômicos. A quantidade e o tipo de deformação é dependente da resistência das ligações atômicas do material, da tensão e da temperatura.

Até um certo limite de tensão de cada material, a deformação é reversível. Nesta condição, quando é removida a tensão, os espaçamentos atômicos retornam ao estado original e a deformação desaparece. Isto é referenciado como deformação elástica, e a tensão é expressa por uma simples constante de proporcionalidade conforme representa a Equação 3.1.

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (3.1)$$

Nesta equação, σ é a tensão, E é o módulo de elasticidade e ε é a deformação (relação entre o tamanho da deformação e o comprimento inicial).

Para uma carga cisalhante, a ação do esforço é expressa pela Equação 3.2,

$$\tau = G \cdot \gamma \quad (3.2)$$

onde τ é a tensão de cisalhamento, γ é a deformação de cisalhamento e G é o módulo de cisalhamento.

Em temperatura ambiente, ou próximo dela, cerâmicas submetidas a um súbito carregamento, apresentam inicialmente a deformação elástica, não apresentam deformação plástica e ocorre a ruptura. Isto é conhecido como fratura frágil e é uma das características mais críticas que as cerâmicas apresentam e que deve ser considerada em projetos de cerâmicas estruturais. A Figura 3.1.1 apresenta este comportamento comparativamente com os materiais metálicos e polímeros de uso geral.

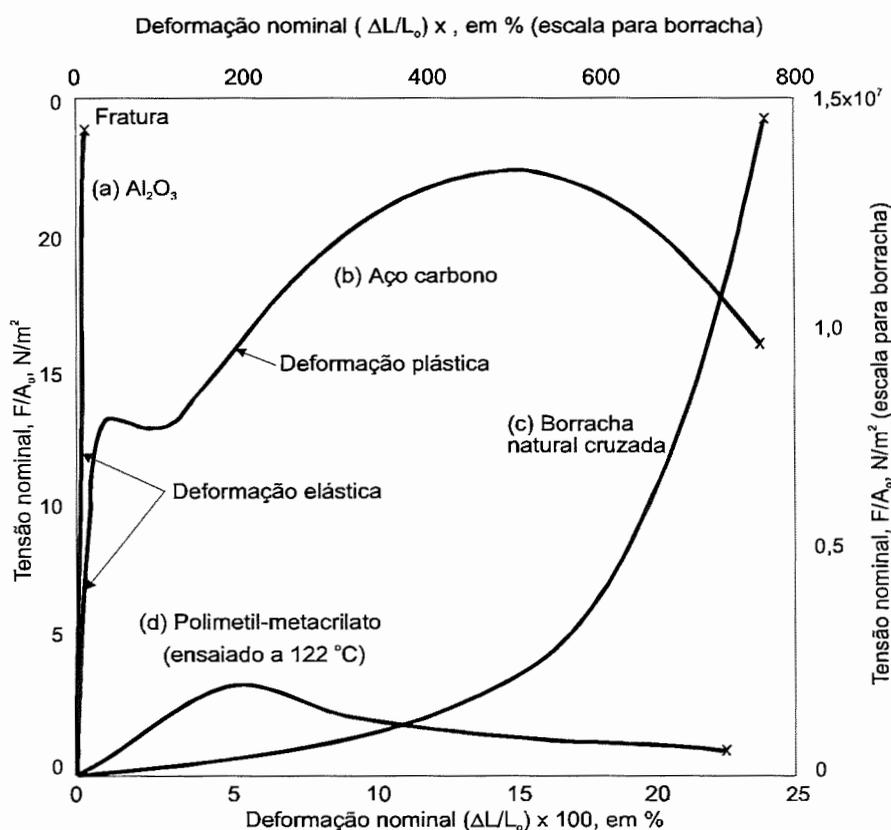


Figura 3.1. 1- Curvas de tensão de tração x deformação para diversos materiais. [GUY (1980)]

A magnitude do módulo elástico é determinada pela resistência das ligações atômicas do material. Quanto maior forem as ligações atômicas, maior será a tensão necessária para aumentar os espaçamentos interatômicos, e conseqüentemente maior será o módulo de elasticidade.

Os materiais cerâmicos apresentam elevados módulos de elasticidade, da ordem de $1,4$ a 5×10^5 MPa os quais são maiores de maneira geral que os de outros materiais. A Tabela 3.1.1, apresenta valores dos módulos elásticos para materiais de uso comum em engenharia.

Tabela 3.1.1- Valores dos módulos elásticos para materiais de uso comum em engenharia [RICHERSON (1992), CALLISTER (1994)].

Material		Módulo elástico médio E (MPa)
Cerâmica	Al ₂ O ₃	$3,80 \times 10^5$
	ZrO ₂	$1,38 \times 10^5$
	Si ₃ N ₄	$3,04 \times 10^5$
	SiC	$4,14 \times 10^5$
	Diamante	$10,35 \times 10^5$
	Vidro	$0,7 \times 10^5$
Metais	Ligas de alumínio	$0,69 \times 10^5$
	Aço	$2,07 \times 10^5$
	Ligas de tungstênio	$4,07 \times 10^5$
	Ligas de titânio	$1,07 \times 10^5$
	Ligas de magnésio	$0,45 \times 10^5$
Polímeros	Nylon	$1,6$ a $3,8 \times 10^3$
	Policarbonato	$2,4 \times 10^3$
	PET	$2,8$ a $4,1 \times 10^3$
	PTFE	$4,0$ a $5,5 \times 10^3$
	Elastômero	$0,0035$ a $3,5 \times 10^3$

3.1.2- Resistência teórica

A resistência teórica pode ser definida como a tensão necessária para romper as ligações atômicas e gerar duas novas superfícies e pode ser descrita pela Equação 3.3 (RICHERSON (1992), ZANOTTO (1991)),

$$\sigma_{Th} = \left(\frac{E\gamma}{a_0} \right)^{1/2} \quad (3.3)$$

onde E é o módulo elástico, γ é a energia de fratura superficial e a_0 é o espaçamento atômico.

A tensão teórica para materiais cerâmicos tipicamente ocupa valores de 1/10 a 1/5 do módulo elástico. Entretanto, na prática não encontram-se esses valores. Isto deve-se à presença de defeitos (trincas) de fabricação e trincas estruturais do material resultantes de concentração de tensão e fratura em cargas bem abaixo da resistência teórica.

A Tabela 3.1.2 apresenta valores comparativos de resistências teóricas de Al_2O_3 e Carbetto de Silício (SiC), valores estes foram obtidos com tensões típicas relatadas em corpos fabricados por diferentes processos. Muitos produtos cerâmicos são fabricados à partir de cerâmica policristalina. As resistências à fratura encontradas na prática para Al_2O_3 e SiC policristalinos apresentaram apenas de 1/100 da resistência teórica.

Tabela 3.1.2- Comparação entre resistência teórica e a encontrada na prática
[RICHERSON (1992)].

Material	E GPa	Resistência Teórica Estimada GPa	Resistência medida em fibras Gpa	Medida da resistência em amostras policristalinas GPa
Al_2O_3	380	38	16	0,4
SiC	440	44	21	0,7

Para explicar a enorme discrepância entre a resistência teórica e a resistência real, foram desenvolvidas as Teorias de INGLIS, GRIFFITH e IRWIN, que sugerem que as falhas internas ou superficiais atuam como amplificadores de tensão (Figura 3.1.2) e que a separação das superfícies ocorre sequencialmente ao invés de simultaneamente [KINGERY et al. (1975); ZANOTTO et al. (1991)].

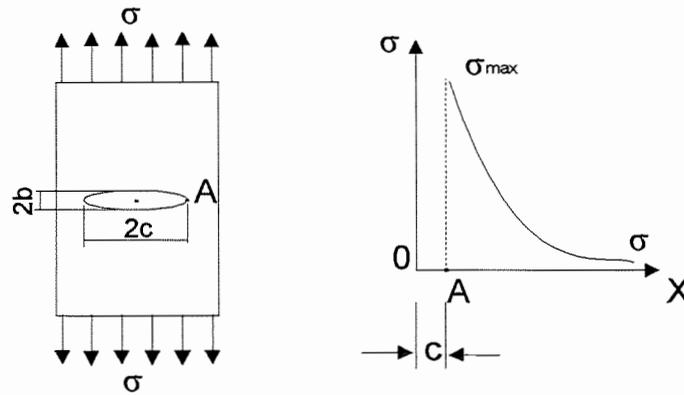


Figura 3.1. 2- Representação da teoria de amplificação de tensão na ponta de uma trinca.

[ZANOTTO et al. (1991)]

Nesta condição, a máxima tensão ocorre na extremidade da trinca é representada pela Equação 3.4,

$$\sigma_{max} = \sigma \left[1 + 2 \left(\frac{c}{\rho} \right)^{1/2} \right] = \sigma \left(1 + 2 \frac{c}{b} \right) \quad (3.4)$$

onde $\rho = \frac{b^2}{c}$ = raio de curvatura na extremidade A (Figura 3.1.2).

Na Figura 3.1.2, quando a elipse é muito estreita, pode ser considerada uma boa aproximação de uma trinca e, nesse caso, se $\rho \ll c$ tem-se que a máxima tensão na ponta da trinca é representada pela Equação 3.5.

$$\sigma_{max} \approx 2\sigma \left(\frac{c}{\rho} \right)^{1/2} \quad (3.5)$$

GRIFFITH postulou que, quando o decréscimo da energia elástica excede o aumento da energia superficial associada à formação de duas novas superfícies, para trincas elípticas, com o maior eixo medindo $2c$ em uma placa estreita, tem-se a relação descrita na Equação 3.6.

$$\frac{d}{dc} \left(\frac{\pi c^2 \sigma^2}{E} \right) = \frac{d}{dc} (4\gamma c)$$

ou

$$\sigma_f = \left(\frac{2E\gamma}{\pi c} \right)^{1/2} \approx \left(\frac{E\gamma}{c} \right)^{1/2} \quad (3.6)$$

IRWIN estabeleceu que a ruptura ocorre quando o tensão aplicada se iguala a tensão teórica (Equação 3.7).

$$\begin{aligned} \sigma_{max} &= \sigma_{th} \\ \left(\frac{E\gamma}{a_0} \right)^{1/2} &= 2\sigma \left(\frac{c}{\rho} \right)^{1/2} \\ \sigma_f &= \left(\frac{E\gamma\rho}{4a_0c} \right)^{1/2} \end{aligned} \quad (3.7)$$

A teoria aceita é aquela que valida parte da teoria de GRIFFITH e parte da de IRWIN. As regiões validadas são apresentadas na Figura 3.1.3. O critério de GRIFFITH só pode ser aplicado à falhas muito estreitas, com curvatura máxima na extremidade da falha igual a 2,6 vezes a distância interatômica a_0 .

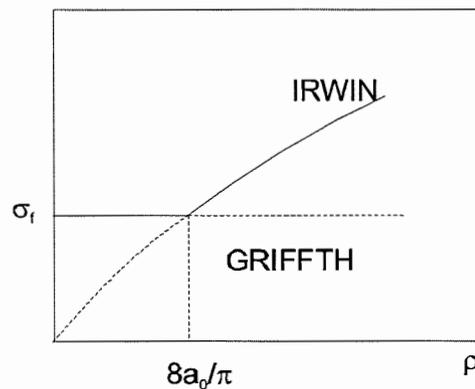


Figura 3.1. 3- Representação esquemática da validação dos critérios de GRIFFITH e IRWIN [ZANOTTO et al. (1991)].

3.1.3- Tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura é uma importante propriedade das cerâmicas frágeis e é uma medida da fragilidade [QUINN et al. (1992)]. A análise do fenômeno de fratura de um corpo cerâmico, diferente de outros materiais em geral, não é simplesmente obtida pelas cargas atuantes. Em adição, deve-se considerar a taxa de carregamento, condições do meio ambiente, nível de temperatura, defeitos da estrutura, defeitos superficiais, porosidade e histórico do produto. [KINGERY et al. (1975)].

A mecânica de fratura é baseada na hipótese de que a resistência à fratura de um material é determinada pelo tamanho crítico de uma trinca, porque assume-se que a fratura ocorra pelo deslocamento e tensão na ponta desta trinca. A Equação 3.8 é uma hipótese que relaciona a tensão de fratura, σ , com um comprimento de trinca, a_c . [TERPSTRA, R. A. et al. (1995)].

$$\sigma = K_{IC} \cdot a_c^{-\frac{1}{2}} \quad (3.8)$$

A concentração de tensão na ponta de uma trinca é referenciada como fatores de intensidade de tensão K_I , K_{II} e K_{III} . Os números subscritos são referentes à direção da aplicação do carregamento relativa à posição da trinca. A Figura 3.1.4 ilustra esquematicamente estes modos de aplicação de carregamento.

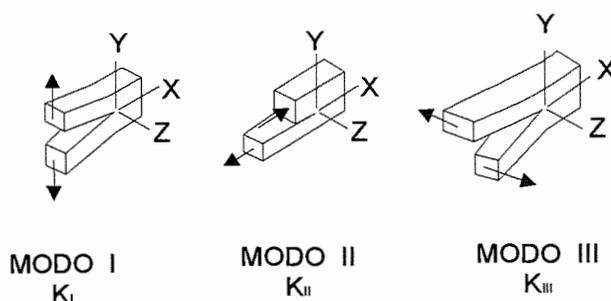


Figura 3.1. 4- Fator de intensidade de tensão para os diferentes modos de carregamento [RICHERSON (1992)].

No Modo I de carregamento, o mais frequentemente encontrado em aplicações cerâmicas, o carregamento ocorre pela ação de tensão de tração na direção normal ao plano de trincamento e a fratura ocorre quando o Modo I do fator de intensidade de tensão alcança a tenacidade à fratura K_{Ic} do material.

No Modo II de carregamento, o plano de tensão de cisalhamento ocorre na direção do plano de trincamento e a fratura ocorre no modo II quando o fator de intensidade de tensão supera no modo II a tenacidade à fratura K_{IIc} .

No Modo III de carregamento, a ação da tensão de cisalhamento ocorre na direção perpendicular ao plano de trincamento.

3.1.4- Medidas da resistência mecânica

As medidas dos valores de resistência mecânica são dependentes do tipo de teste empregado, da distribuição de defeitos no volume do material e da distribuição de tensão no corpo de prova. Estas medidas podem ser obtidas por diversos tipos de ensaios, sendo os mais comuns os de: compressão uniaxial, flexão a três pontos, flexão a quatro pontos, tração uniaxial, theta, tensão hidrostática e compressão diametral. Os ensaios de flexão a três pontos e o de compressão uniaxial são genericamente os mais empregados para cerâmicas, entretanto, em função da aplicação específicas os demais podem ser recomendados.

a) Ensaio de flexão

O ensaio de flexão é o mais empregado na caracterização de cerâmicas. As amostras geralmente são barras de seção retangular com os cantos chanfrados ou arredondados. Apresenta duas principais variações quanto ao carregamento, o ensaio a três pontos e o ensaio a quatro pontos. No ensaio a

três pontos, a carga é aplicada no centro da barra. No ensaio a quatro pontos, a carga é aplicada em duas posições equidistantes da barra. [ASTM C1161-90 (1991); JIS R 1601 (1987); RICHERSON (1992)]

A maior desvantagem deste ensaio é relativa a obtenção e preparação do corpo de prova. Qualquer defeito superficial de fabricação, no corpo de prova pode comprometer a confiabilidade do ensaio. As normas ASTM C 1161-90 (1991) e JIS R 1601(1987) estabelecem condições dimensionais e de acabamento para os corpos de prova. A obtenção destes corpos de prova, de acordo com estas normas, exigem laboratórios devidamente equipados, elevando o custo do ensaio.

b) Ensaio de compressão

O ensaio de compressão em cerâmicas apresenta a vantagem de não sofrer a influência das arestas. Ensaio de flexão muitas vezes medem a quantidade de defeitos superficiais adquiridos na preparação superficial do corpo de prova e não, propriamente, a resistência mecânica do corpo de prova. Corpos de prova devidamente projetados para o ensaio de compressão podem representar com mais segurança a resistência mecânica de um produto. [AWAJI et al. (1993)]

Em um ensaio de compressão AWAJI et al. (1993) comentam que é muito pequena a diferença entre os valores do Modo I e Modo II na tenacidade à fratura de materiais frágeis. O modo III de carregamento, no qual a ação de uma tensão de cisalhamento ocorre fora do plano de trincamento, não apresenta significância.

Isto sugere que, quando um material frágil é submetido a carregamento, os defeitos internos são geralmente exibidos predominante no Modo I de propagação de trinca (tração, compressão) ou no modo II (cisalhamento).

Devido a máxima tensão de cisalhamento neste caso ser metade da diferença entre a máxima e a mínima tensões principais, ocorre uma predominante tensão compressiva.

O comportamento da propagação de trinca sob carregamento de compressão pode ser representado pela Figura 3.1.5. Nela, observa-se uma rampa que tem inclinação de 45° com relação ao plano de carregamento, então, é onde ocorre a máxima tensão de cisalhamento. Sob uma tensão compressiva, na região da rampa tem-se o Modo II de deslocamento. Quando a amostra é comprimida, o fator de intensidade de tensão do modo II na extremidade da rampa alcança K_{II} , iniciando a propagação da trinca. Isto provoca ao fator de intensidade de tensão o decaimento rápido, ocasionando o trincamento, subsequente a propagação da trinca que ocorre no plano (no modo I). A concentração de tensão na ponta da trinca permite a sua propagação contínua, aumentando o carregamento compressivo. As linhas de ruptura do plano de propagação da trinca, que é mostrado na Figura 3.1.5, são marcas de propagação de trincas sendo iniciadas e fechadas.

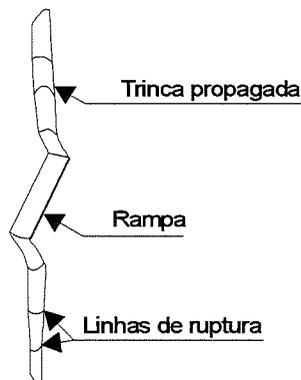


Figura 3.1. 5- Comportamento da propagação de uma trinca em um material frágil sob ação de uma tensão compressiva. [AWAJI et al. (1993)]

A resistência sob tensão compressiva em muitos materiais frágeis pode superar em mais de 10 vezes a tensão de tração.

Para testes compressivos com materiais frágeis como cerâmicas rochas e concretos, amostras colunares são bastante empregadas. A compressão da amostra, diretamente sobre os cabeçotes da máquina de ensaio pode promover a concentração de tensão nas suas bases e pode dificultar a precisão na avaliação da resistência de compressão. Uma possível amostra que iniba os efeitos de arestas e minimize o efeito da concentração de tensão nas bases é obtida com a aplicação da forma denominada *dumbbell* como mostrado na Figura 3.1.6. A seção espessa nas bases são maiores variando lentamente para o centro, não causando concentração de tensão. Então, amostras com este formato são consideradas ideais para testes de compressão [AWAJI et al. (1993)]. Outra melhoria a ser empregada consta da utilização de assentos metálicos e rígidos de maior diâmetro que devem ser adicionados nas bases da amostra. Neste caso a pressão é aplicada indiretamente reduzindo as concentrações de tensões (Figura 3.1.6).

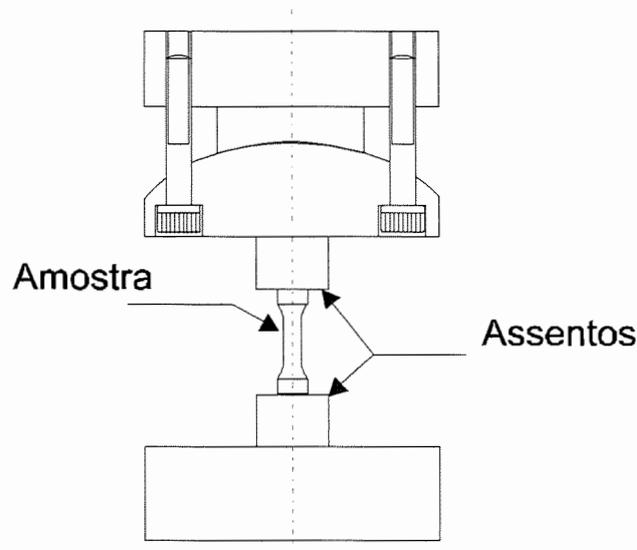


Figura 3.1. 6- Modelo de ensaio compressivo com a inserção de assentos [AWAJI et al. (1993)].

3.1.5- Medidas da tenacidade à fratura

A Medida da tenacidade à fratura representa uma importante ferramenta na determinação das propriedades mecânicas dos materiais

cerâmicos avançados. Três técnicas principais tem sido aplicadas extensivamente: a impressão Vickers a fratura, a flexão com uma barra indentedada e a flexão com uma barra pré-trincada. A seleção da técnica envolve aspectos relacionados com aplicação do produto, capacidade para obtenção dos corpos de prova, rapidez e custo [QUINN et al. (1992)]. Na Figura 3.1.7 é ilustrada esquematicamente a aplicação destas técnicas.

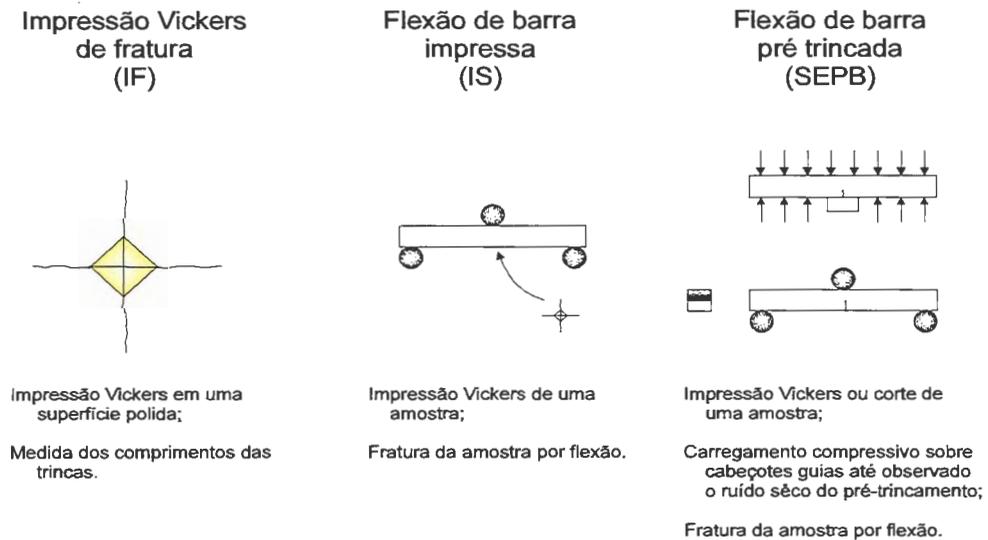


Figura 3.1. 7- Técnicas aplicadas para determinação da tenacidade à fratura [QUINN et al. (1992)].

Na impressão Vickers a fratura, *indentation fracture* (IF), uma amostra é polida e impressa com indentedador Vickers e é medido o comprimento médio resultante das trincas. A tenacidade à fratura está relacionada com a carga de indentedação, o tamanho médio das trincas, o módulo elástico e a dureza do material. O teste tem como vantagem a medida como micro tenacidade à fratura (relativa à escala que naturalmente ocorrem os defeitos), requer uma pequena amostra do material é simples e de baixo custo [ANSTIS et al. (1981), QUINN et al. (1992)]. A Figura 3.1.8 ilustra uma fratura e impressão típica deste ensaio e as dimensões a serem medidas. A dureza é definida pela relação da carga pela área projetada na superfície (Equação 3.9) e a tenacidade à fratura é expressa pela Equação 3.10 [CHANTIKUL et al. (1981); QUINN et al. (1992)].

$$H = \frac{2P}{2a^2} \quad (3.09)$$

Nesta equação H é a dureza, P é a carga de impressão, $2a$ é dimensão da diagonal da impressão Vickers.

$$K_{IC} = 0,59(E/H)^{1/8} (\sigma_c P^{1/3})^{3/4} \quad (3.10)$$

Nesta equação, K_{IC} é a tenacidade à fratura, E é o módulo elástico e σ_c é a tensão de fratura à flexão.

A dureza Vickers (H_v) é definida como a carga dividida pela área real de contato do indentador na amostra (a superfície das quatro facetas da impressão piramidal penetrada na amostra) e é expressa pela Equação 3.11. QUINN et al. (1992) ressaltam que a dureza Vickers não é adequada para o cálculo da tenacidade à fratura porque seu uso leva a um erro sistemático de 1%.

$$H_v = \frac{1,854P}{(2a)^2} \quad (3.11)$$

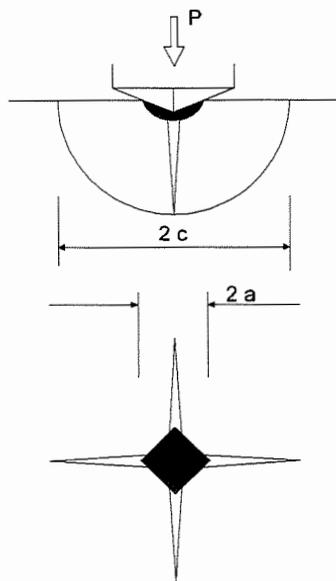


Figura 3.1. 8- Ilustração esquemática de uma fratura produzida pelo sistema de impressão Vickers, com carga máxima P , mostrando as dimensões características c e a do prolongamento das trincas radial/mediana e impressão de dureza, respectivamente [ANSTIS et al. (1981)]

O método de flexão de uma barra indentada, *indentation strength* (IS), envolve a implantação de uma trinca artificial na superfície da amostra de flexão. A impressão Vickers é utilizada para criar a trinca artificial. Nesta técnica não é necessário ter-se o tamanho inicial da trinca, pois o importante é a trinca propagar-se estavelmente durante o subsequente carregamento, devido ao carregamento externo e ao campo de tensão residual associado com a indentação. A tenacidade à fratura é obtida à partir do módulo elástico, carregamento da impressão, dureza Vickers e resistência à flexão.

A flexão com uma barra pré trincada, *single-edge precracked beam* (SEPB) é uma variação do tradicional método da barra entalhada. Nela, a pré trinca é formada pelo corte de uma serra fina, entretanto, este corte é difícil de ser obtido em cerâmicas avançadas. A flexão com a barra pré trincada soluciona este problema. Um entalhe inicial é obtido através de uma impressão Vickers frágil ou corte de serra. Após este entalhe a barra de flexão é submetida a compressão com cabeçotes guias, até a verificação de um ruído seco que indica a obtenção do pré trincamento. A amostra pré trincada é então fraturada em flexão a três pontos. O tamanho inicial do pré trincamento deve ser medido, por exemplo através de subsequente análise de fratura [QUINN et al. (1992)].

3.1.6- Estatística de Weibull

A quase inexistência de dutilidade, combinada com a presença de trincas, de diversos tamanhos e orientações em cerâmicas, acarretam o espalhamento da resistência de fratura. Em projetos de componentes cerâmicos estruturais, a probabilidade de fratura deve ser aceitavelmente baixa e assegurar o comportamento dos produtos em serviço. Estes fatores requerem uma técnica estatística para descrever a distribuição de tensão nestes componentes. Idealmente a estatística de fratura deveria ser baseada em três elementos, a estatística dos valores extremos, a mecânica de fratura e a microestrutura.

A estatística de Weibull é a principal técnica empregada no tratamento de valores obtidos em ensaios de materiais cerâmicos. Ela é baseada na estatística dos valores extremos e faz uma analogia com o elo mais fraco de uma corrente, supondo que o material seja apenas tão resistente quanto seu elemento mais fraco, isto é, que a resistência seja limitada pelo defeito mais crítico e que este levará o corpo de prova à fratura [ASTM C1239 - 94a (1994), NOGUEIRA (1992), ZANOTTO et al. (1991)].

Geralmente a estatística de Weibull é mais aplicada em testes de tração e flexão. A resistência é dependente do tamanho e geometria da amostra. Em adição, uma subsequente análise de fratura deve ser realizada para caracterizar a origem da fratura. Em cerâmicas avançadas, a resistência é frequentemente limitada por uma origem de fratura discreta e pode ser intrínseca (porosidade, aglomerados, inclusões, atípicos grãos enormes) ou extrínseca (característica superficial, concentração de tensão, eventual impacto ou ambiente adverso) [ASTM C1239 - 94a (1994), RICHERSON (1992), ZANOTTO et al. (1991)].

A função distribuição de Weibull (Probabilidade de fratura no volume) é representada pela Equação 3.12,

$$P_F = 1 - \exp \left[-V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (3.12)$$

onde, P_F é a probabilidade de fratura, σ é a tensão aplicada, σ_0 é um parâmetro normalizado (freqüentemente selecionado como a característica de tensão, na qual a probabilidade de fratura é 0,632), m é o módulo de Weibull e V é o volume.

O resultado desta função distribuição é ilustrada na Figura 3.1.9a. Tratada matematicamente com logaritmos obtém-se uma nova representação expressa pela Equação 3.13 a qual é e ilustrada pela Figura 3.1.9b. A função probabilidade de fratura é determinada através de dados experimentais (N

ensaios), observada a tensão de ruptura ($\sigma_1, \sigma_2, \dots, \sigma_N$) em ordem crescente. A curva é obtida estimando $P_{(\sigma_i)} = \frac{i}{N+1}$, onde i é a ordem sequencial da amostra.

$$\ln \ln \frac{1}{1 - P_F} = \ln V - m \ln \sigma_0 + m \ln \sigma \quad (3.13)$$

$\underbrace{\hspace{2cm}}_y \quad + \quad \underbrace{\hspace{2cm}}_b \quad = \quad mx$

Os parâmetros m e σ_0 podem ser determinados por outros métodos estatísticos, tais como o método dos mínimos quadrados, o método da máxima verossimelhança, o método dos momentos e quadrados mínimos não lineares.

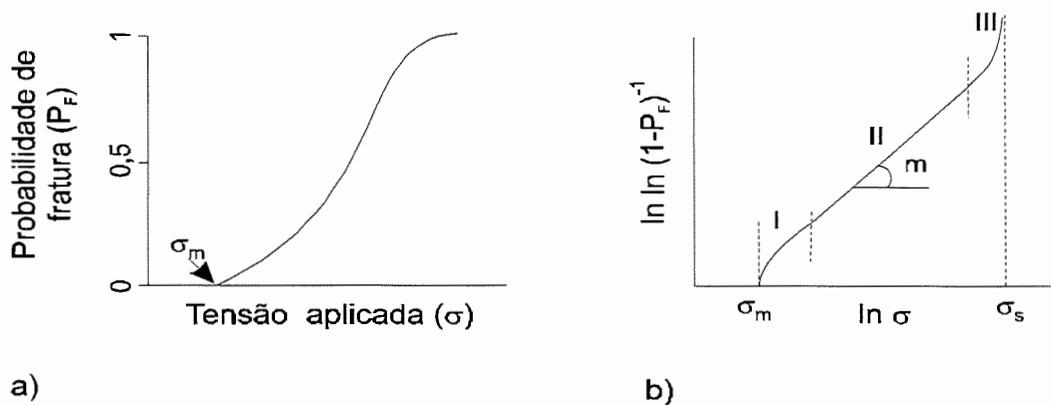


Figura 3.1. 9- Distribuição típica de Weibull [RICHERSON (1992)].

Um número de corpos de prova substancial é necessário para garantir precisão do valor de m da curva de Weibull. Ensaio com 10 amostras podem resultar em um erro de aproximadamente 40% no valor de m . Acima de 60 amostras são obtidos 90% de confiabilidade na sua determinação. O tamanho amostral geralmente utilizado é o de 30 amostras. Quando o ensaio é acompanhado de análise da superfície de fratura, o número de amostras pode ser relativamente menor [KINGERY et al. (1975), ZANOTTO et al. (1991)].

Tipicamente materiais cerâmicos policristalinos ocupam valores na faixa de $3 < m < 15$. Valores surpreendentemente altos são relatados em literaturas ocupando a faixa de $26 < m < 34$. Quanto maior for o valor de m , maior será sua confiabilidade. Quanto menor for o valor de m , maior será o espalhamento de valores [KINGERY et al. (1975), ZANOTTO et al. (1991)].

Outra consideração necessária é relativa ao tamanho (dimensão) da amostra. Admitindo-se que quanto maior for o tamanho do produto, maior será a probabilidade de encontrar-se defeitos críticos, estabelece-se a relação

$$\frac{\sigma_1}{\sigma_2} = \left(\frac{L_2}{L_1} \right)^{1/m}, \text{ onde } L_1 \text{ e } L_2 \text{ representam os comprimentos, áreas ou volumes da}$$

amostra e produto estimado, e σ_1 e σ_2 as tensões de ruptura respectivas.

ZHANG et al. (1996) apresentam uma técnica de teste não destrutivo para a avaliação de cerâmicas onde é empregado um sistema de tomografia computadorizada por raio-X. Este ensaio revela a presença, localização e tamanho dos defeitos, bolsões porosos e regiões com alteração de densidade. O emprego desta tecnologia pode eliminar amostras com defeitos críticos que certamente apresentariam valores extremos e assim melhorar o desempenho da estatística de fratura.

3.2- Desgaste Abrasivo de Materiais Cerâmicos

O Desgaste é um dos três problemas industriais mais facilmente encontrados na prática que conduz a substituição de componentes e ou manutenção de equipamentos. Os outros dois são a fadiga e a corrosão. O desgaste é raramente catastrófico, mas reduz a eficiência operacional do par em contato através do aumento da perda de potência, consumo de óleo e taxa de substituição de componentes [EYRE (1990)].

Em muitas aplicações de deslizamento lubrificadas com óleo, mancais tradicionalmente metálicos apresentam desempenho suficientemente bom. Em alguns casos, com o objetivo de obter soluções técnicas ou econômicas mais atrativas, ambas ou parte de pares metálicos tem sido substituído por componentes cerâmicos. Para aplicações onde a água é utilizada como lubrificante, certas cerâmicas se apresentam como uma escolha adequada de material. A possibilidade de utilização de cerâmica em aplicações de contato deslizante não lubrificadas tem sido estudada por vários pesquisadores e grandes sucessos já foram obtidos em operações críticas de alta carga e alta velocidade [ANDERSSON et al. (1994)].

Atrito e desgaste não são propriedades intrínsecas do material, mas sim características do sistema aplicado ao par em contato. Alterações no carregamento, na velocidade ou no meio ambiente podem causar variações catastróficas na taxa de desgaste de um corpo ou de uma superfície em contato [EYRE (1990)].

Analisando-se as condições que causam o desgaste e os muitos mecanismos que contribuem para a causa de danos, observa-se que a solução de um problema particular típico depende sobretudo da identificação precisa da natureza das variáveis envolvidas. Por exemplo, em algumas situações, o aumento da dureza pode resultar um aumento da resistência ao desgaste, mas em outras pode ocorrer o contrário [EYRE (1990)].

3.2.1- Coeficiente de atrito para cerâmicas

Os valores dos coeficientes de atrito ao ar para nitreto de silício, carbeto de silício, alumina e zircônia se encontram a faixa de 0,44 a 0,90. Esta faixa é mais estreita que as encontradas pelos metais. Sob vácuo os valores do coeficiente de atrito para cerâmicas geralmente são maiores que a unidade. Já para os metais sob vácuo pode ser encontrado um valor muito maior devido ao

elevado crescimento das junções nos pontos de contato. Esta é a grande diferença entre as propriedades de atrito das cerâmicas e dos metais. O baixo coeficiente de atrito das cerâmicas em alto vácuo é devido a fragilidade da cerâmica que não suporta um crescimento de junção por deformação plástica. Devido a impossibilidade do crescimento das junções nas cerâmicas, um filme superficial do óxido ou contaminação por *debris* desgastados podem reduzir o atrito mais efetivamente do que para o caso de metais [KATO (1990)].

3.2.2- Mecanismo de desgaste

Devido a fragilidade das cerâmicas, vários tipos de trincas são introduzidos pelo atrito ao redor da zona de contato, como as trincas hertzianas laterais, medianas e radiais. A superfície apresenta também trincas generalizadas devido ao processo de acabamento superficial do corpo cerâmico. Estas trincas são mostradas esquematicamente na Figura 3.2.1. Dependendo do valor da pressão no ponto de contato, o desgaste predominante ocorre através das partículas formadas por propagação de algumas dessas trincas [KATO (1990)].

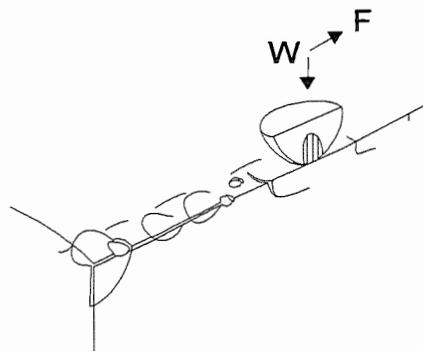


Figura 3.2. 1- Tipos de trincas introduzidas por atrito [KATO (1990)].

Se partículas semelhantes a escamas são supostamente formadas pela propagação de trincas laterais, iniciadas na zona plástica da superfície, então o volume desgastado pode ser dado qualitativamente pela Equação 3.14.

$$V = \alpha \cdot \frac{W^{9/8}}{K_c^{1/2} H^{5/8}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)^{4/5} l \quad (3.14)$$

Nesta equação, V , é o volume desgastado, W é a carga normal, H é a dureza, K_c é a tenacidade, E é o módulo elástico, l é a distância percorrida e α é uma constante independente do material [KATO (1990)].

A Equação 3.14 superestima o desgaste tal que o modelo para a teoria assume propagação de uma trinca lateral na superfície em uma simples passagem de atrito abrasivo.

Se o desgaste ocorre com partículas com forma de escamas e estas forem supostamente formadas pela propagação de uma trinca vertical na superfície, o modelo da Figura 3.2.2 deve ser então utilizado. A análise teórica desse modelo, conhecido por fratura dinâmica linear, é mostrada na Figura 3.2.3, onde $K_{e_{max}}$ é o máximo fator de intensidade de tensão na extremidade da trinca, c é o comprimento de contato, P_o é a máxima pressão hertziana de contato, μ_i é o coeficiente de atrito com trincas fechadas, e K_{Ic} é a tenacidade à fratura [KATO (1990)].

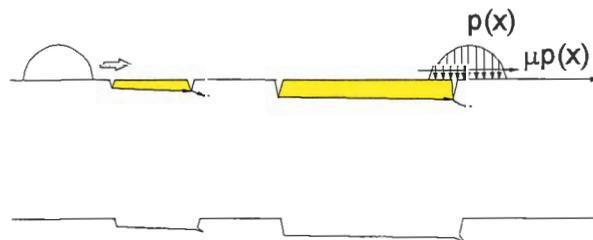


Figura 3.2. 2- Modelo de desgaste de cerâmica. [KATO (1990)]

Apenas uma trinca entre d_{cl} e d_{cv} é propagada pela passagem da pressão de contato $p_{(x)}$ [KATO (1990)].

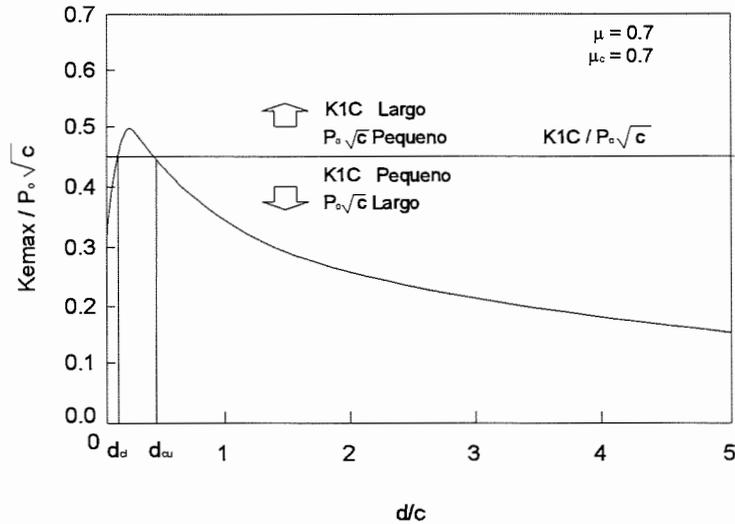


Figura 3.2. 3- Relação teórica entre $K_{e,max}/P_0\sqrt{c}$ e d/c [KATO (1990)].

Baseado neste resultado teórico e com um modelo de distribuição no comprimento da trinca, um novo parâmetro S_c para descrever a severidade de contato para desgaste é introduzido (Equação 3.15),

$$S_c = \frac{P_0 \sqrt{d_{max}}}{K_{1c}} \quad (3.15)$$

onde, d_{max} é o máximo comprimento da trinca na distribuição.

Quando d_{max} não é conhecido, a máxima rugosidade R_{max} do desgaste é então introduzida com a suposição de $d_{max} \cong R_{max}$. Neste caso S_c passa a ser definido pela Equação 3.16.

$$S_c = \frac{P_0 \sqrt{R_{max}}}{K_{1c}} \quad (3.16)$$

A condição crítica para a transição entre o desgaste com a formação de escamas e com formação de pós até então é introduzida teoricamente pela Equação 3.17.

$$S_c \geq \frac{7}{1+10\mu} \quad (3.17)$$

onde, μ é o coeficiente de atrito.

O mecanismo de desgaste pode ser observado em três regimes distintos de severidade de contato, ou seja o regime de desgaste brando (I), o regime de transição de desgaste brando para desgaste severo (II) e o regime de desgaste severo (III). A carga e velocidade de desgaste tem forte influência na quantidade de material removido das superfícies de desgaste, como ilustrado nas Figuras 3.2.4, onde nota-se que aumentando o carregamento normal e a velocidade de deslizamento sobre valores críticos resulta em um significativo aumento da severidade de contato. A predição de desgaste suave e severo é importante no projeto de sistemas mecânicos. BLOMBERG et al. (1994) apresentam as principais características dos regimes de desgaste observadas em deslizamento a seco de alumina.

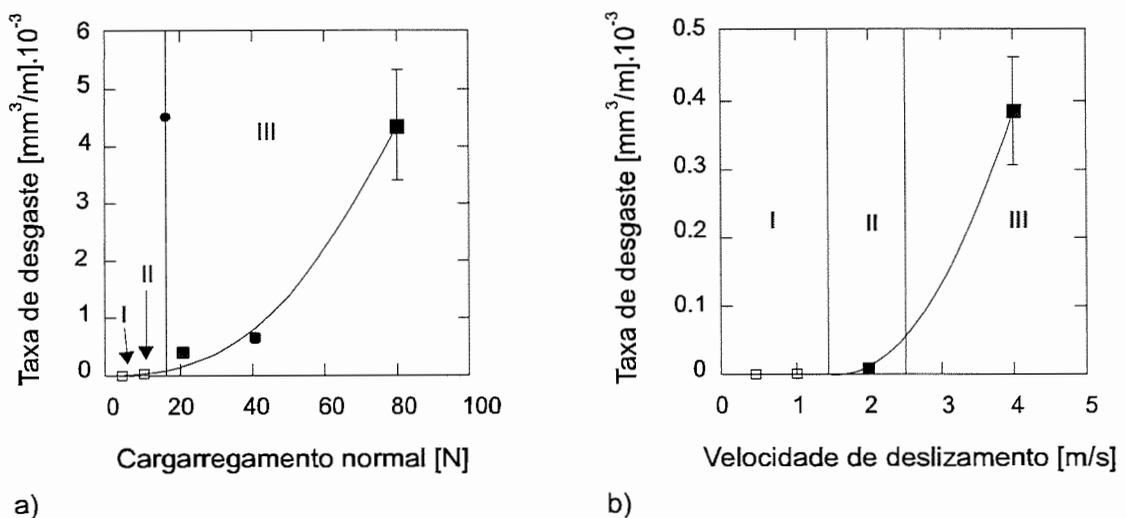


Figura 3.2. 4- Regimes da severidade do contato em deslizamento a seco de alumina com v , 4m/s e P , 20N [BLOMBERG et al. (1994)].

a) Regime de desgaste brando

Na região de desgaste brando as superfícies são muito pouco afetadas pelo desgaste. Um desgaste microscópico ocorre nos cantos dos poros, nos defeitos superficiais, nos finos riscamentos superficiais e por microabrasivos provindos de fragmentos de desgastes ou asperidades da superfície.

b) Regime de transição de desgaste brando para desgaste severo

A transição para o desgaste severo foi observada por BLOMBERG et al. (1994) em seus experimentos e ocorreu durante após os primeiros 100m de deslizamento a seco com carregamento/velocidade de 10N (4.0 m. s^{-1}) e 20 N (2.0 m.s^{-1}). Verificou-se a formação de *cicatrices* do desgaste com uma largura de na faixa de 150-200 μm no interior da extremidade da trinca de deslizamento.

A transição ocorre quando o nível de tensão dinâmica na superfície excede o limite crítico para iniciação da propagação incontrolável das trincas, com resultado de ruptura da superfície. Os mecanismos de deterioração dominantes são deformação plástica e fratura da superfície. Partículas removidas pelo desgaste da superfície são esmagadas e moídas em finos fragmentos e depositadas na superfície fraturada.

c) Regime severo de desgaste

A superfície, depois deslizando sobre severas condições, é coberta pelos debris desgastados indicando que uma extensa superfície fraturada assume o espaço. Os debris consistem em finos fragmentos moídos que localmente são compactados termo-mecanicamente para formar camadas de tribo-filme. Os debris controlam o desgaste e a resposta ao atrito e apresentam duas ações:

- i) perda de debris que interagem com a superfície causando micro-abrasão e aumentam o coeficiente de atrito através do período de ação.
- ii) debris desgastados são sinterizados em tribofilmes que aumentam a capacidade de carga do mancal e protegem a superfície "esburacada" com diminuição do desgaste (Figura 3.2.5).

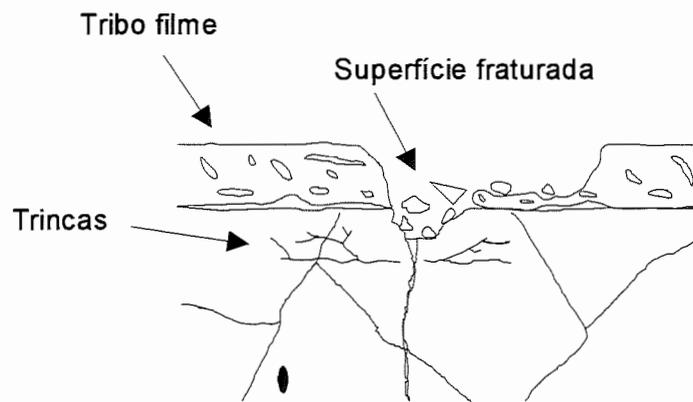


Figura 3.2. 5- Ilustração esquemática da superfície desgastada de mancais de alumina sujeitos ao desgaste severo [ANDERSSON et al. (1993)].

Um método de visualização e inter-relacionamento da carga, velocidade e temperatura pode ser obtido através de tribo-mapas tridimensionais. O mapa tribológico de desgaste da alumina é mostrado pela Figura 3.2.6 [BLOMBERG et al. (1994)].

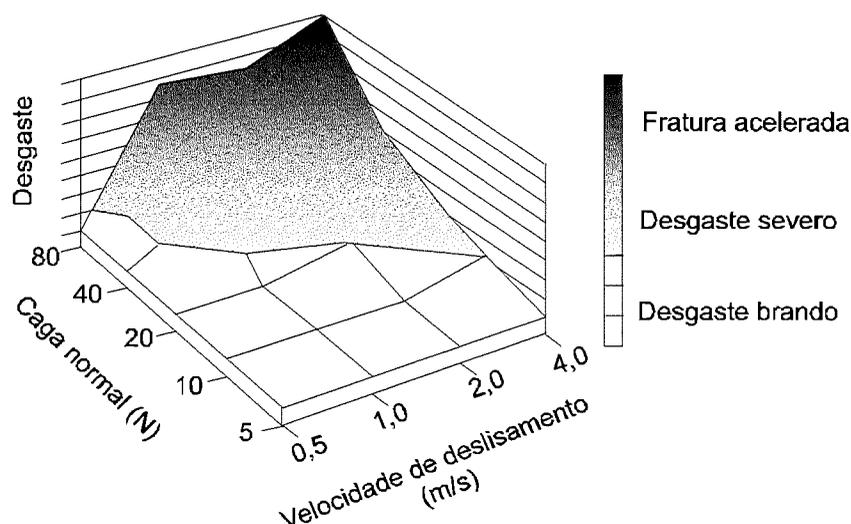


Figura 3.2. 6- Mapas de desgaste de Al_2O_3 ilustrando os parâmetros de contorno com respeito aos diferentes regimes de velocidade e carregamento normal [BLOMBERG et al. (1994)].

3.2.3- Desgaste e condições experimentais

Os valores da taxa de desgaste e coeficientes de atrito podem ser fortemente influenciados pelo método de ensaio utilizado. Por outro lado, pode-se prever que o coeficiente de atrito é muito maior em sistemas não lubrificados. Outrossim consegue-se uma expressiva redução destes valores com a remoção dos debrís desgastados [ZUN GAHR (1989), DUFRANE (1989)].

O atrito e desgaste dos materiais cerâmicos dependem fortemente da carga aplicada, velocidade de deslizamento, acabamento superficial, ambiente envolvente e temperatura. Resultados experimentais revelam o comportamento dos materiais cerâmicos em atrito deslizante de várias maneiras, como são comentados a seguir.

- A intensidade do desgaste de cerâmicas como Al_2O_3 e ZrO_2 pode ser aumentada pelo aumento do tamanho e dureza de partículas abrasivas atuantes, como SiC [ZUN GAHR (1989)].

- O coeficiente de atrito do par $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ em deslizamento seco e lubrificado com óleo decresce com o aumento da rugosidade e aumenta com o casamento de superfícies (por exemplo em mancais) [ZUN GAHR (1989)].
- O coeficiente de atrito diminui com o aumento do carregamento em deslizamento seco. Este aparente contraste deve-se ao fato de que à baixas temperaturas, eventuais fraturas como trincas ou arrancamento de grãos contribuem com importante papel no desgaste de cerâmicas [ZUN GAHR (1989)].
- Sob severo carregamento, a baixa condutividade da ZrO_2 pode ser uma desvantagem quando comparada com Al_2O_3 , mas isto pode ser compensado pelo uso do aço na contra-parte do contato [ZUN GAHR (1989)].
- Em deslizamento, o par $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$ é o que apresenta a menor taxa de desgaste quando testado em ar, água ou óleo, comparativamente aos pares com Al_2O_3 , sejam eles cerâmicos e metálicos [ZUN GAHR (1989)].
- Aumentando-se a fragilidade da cerâmica aumenta-se a intensidade de desgaste [ZUN GAHR (1989)].
- Em contatos zircônia-aço endurecido, obtém-se um relativo aumento da resistência ao desgaste com lubrificação com óleo e porosidade aberta de 10% na zircônia [ZUN GAHR (1989)].
- A umidade da atmosfera envolvente e a água líquida algumas vezes contribuem para aumentar o atrito e desgaste, já em outras ocorre o contrário. Vários são os mecanismos que podem ocorrer, entre eles destacam-se: primeiro, moléculas de água adsorvidas podem promover a formação de uma camada limite lubrificante; segundo, ocorrência da formação de uma reação tribo-química promovendo a formação de camadas superficiais hidratadas, gerando em alguns casos a lubrificação sólida, e em outros a deterioração da superfície; terceiro, a presença de água pode aumentar a taxa de desgaste devido a aceleração do processo de crescimento de trincas. Estes mecanismos e outros poderão ocorrer simultaneamente, aparecendo em diversas combinações que dependem sobretudo da cerâmica envolvida [PEREZ-UNZUETA et al. (1991), LANCASTER (1990)].

- O comportamento do desgaste do Si_3N_4 , SiC e Sialon em meio úmido ou aquoso normalmente é muito mais consistente que cerâmicas a base de óxidos, já o comportamento da ZrO_2 é relativamente similar ao da Al_2O_3 [LANCASTER (1990)].
- A taxa de desgaste da alumina policristalina sinterizada apresenta um aumento de aproximadamente uma ordem de magnitude quando a umidade relativa do ar envolvente decresce de 50% para 10%, e uma redução de uma outra ordem de magnitude quando diminui de 10% para 4% sob as mesmas condições de carregamento. Com a umidade acima de 50% pouco efeito tem-se na taxa de desgaste [GLAESER (1967)].

3.2.4- Equipamentos de ensaios

Estudos básicos de atrito e desgaste de deslizamento de cerâmicas tem sido realizados, geralmente utilizando-se equipamentos do tipo *pin-on-disc* [(DUFRANE (1989))]. Entretanto, para estudos mais específicos podem ser utilizados outros equipamentos tais como *pin-on-ring* para avaliação de pares lubrificados e não lubrificados ou equipamentos específicos que reproduza as principais características de uma determinada aplicação prática.

PERES-UNZUETA et al. (1991), preocupados com a reprodução de experimentos similares em outros laboratórios, apresentam o equipamento denominado *pin-on-disc* que é ilustrado esquematicamente na Figura 3.2.7, equipado com sistemas para controle da umidade da atmosfera envolvente. Também apresentam características dimensionais de processamento, a saber:

- pinos com diâmetro de 6mm, extremidade esférica com raio de 5 mm, rugosidade superficial R_a de 0,87, porosidade de 4,3%;
- disco com diâmetro de 80 mm, espessura de 8 mm; rugosidade superficial R_a de 0,70 e porosidade de 5,3%;

- Preparação da amostra através da lavagem em triclorotrifluoretano, secagem à 120 °C por 30 minutos, resfriamento em dissecador durante 30 minutos antes da pesagem, exposição sob fluxo de ar a temperatura e umidade escolhidas por 30 minutos antes do início do experimento.

Com relação aos procedimentos e condições de ensaios tem-se:

- fixação e carregamento do pino;
- assentamento sobre o disco com uma rotação de 0,1 m/s;
- utilização de transdutor de deslocamento linear para detectar o deslocamento vertical do braço e conseqüentemente do total desgastado do sistema *pin-on-disc*,
- utilização de uma célula de carga para medir a força de atrito horizontal;
- braços balanceados com contra-peso nas extremidades por pesos calibrados para produzir uma carga, nominal de contato de 40 N;
- duração do teste de no mínimo 21600 s.

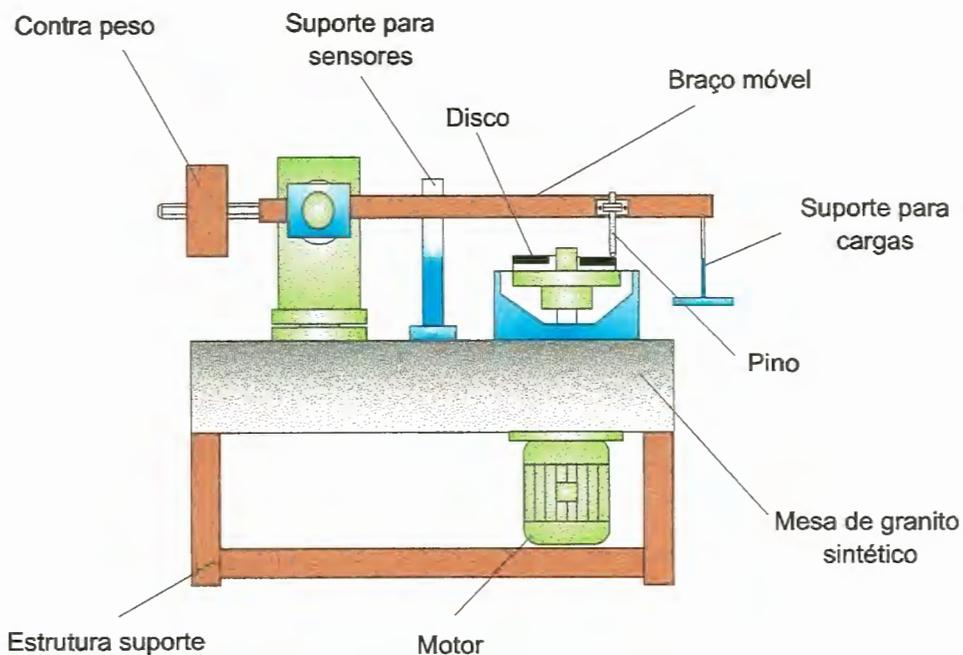


Figura 3.2. 7- Equipamento de ensaio tipo *pin-on-disc*. [PERES-UNZUETA et al. (1991)]

3.3- Dimensionamento de Vasos de Pressão para Prensas Isostáticas

Os vasos de pressão por mais simples que sejam devem ser equipados com sistemas de segurança e trabalhar com solicitações muito abaixo do seu limite de resistência. [(ASHBY-1992)]

Comenta TELLES (1991) que a grande maioria dos vasos de pressão não pertence a linhas de fabricação. Os vasos são, salvo raras exceções, projetados e construídos sob encomenda, sob medida, para atender, em cada caso, à determinada finalidade e às determinadas condições de desempenho. O projeto de vasos de pressão é quase sempre feito de acordo com sua especificação. O projeto de um vaso de pressão inclui não somente o seu dimensionamento físico para resistir a pressão e demais cargas atuantes, como também a seleção técnica e econômica dos materiais adequados, dos processos de fabricação, detalhes, peças internas, etc.

Para pequenos vasos de pressão, recomenda-se projetá-los para admitir trabalhos com pressões moderadas muito abaixo da pressão de propagação de trincas. Nestes casos, as deformações devido aos esforços são facilmente detectadas e conseqüentemente sua segurança resguardada. [ASHBY (1992)]

Para grandes vasos de pressão isto não é possível. Neste caso, projetos seguros são efetuados para assegurar que uma pequena trinca instável não venha se propagar. [ASHBY (1992)]

A tensão na parede de um vaso de pressão de parede estreita e raio R é representada pela Figura 3.3.1.

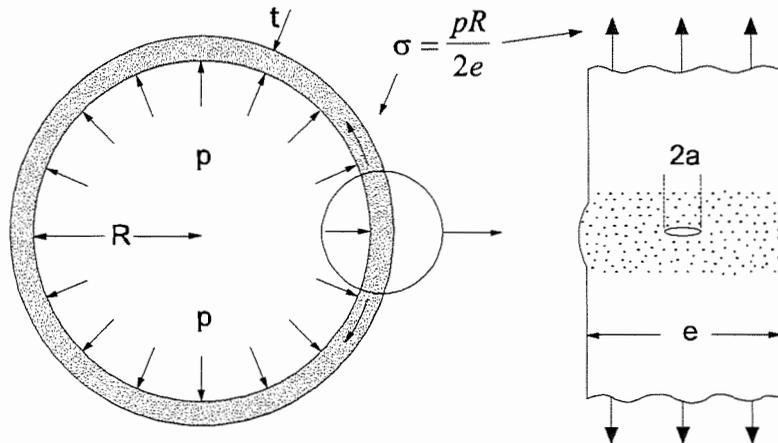


Figura 3.3. 1 - Representação de um defeito na parede de um vaso de pressão com parede estreita. ASHBY (1992)

O código ASME (ASME Boiler and Pressure Vessel Code), seção VIII (Pressure Vessels) e Divisão I (Regras de Projeto Padrão) no parágrafo UG-27, distingue, os vasos cilíndricos de pequena espessura dos vasos cilíndricos de grande espessura. São denominados de "grande espessura" os vasos para os quais se tenha $e > 1/2 R$, ou $P > 0,385 \sigma_{adm} \cdot C_s$ em que, σ_{adm} é a tensão admissível básica do material e C_s o coeficiente de eficiência de solda (soldagem em geral não se aplica a vasos de prensas isostáticas).

No vaso projetado, e , é a espessura; p , é a pressão de trabalho; σ , é a tensão na parede que deve ser menor que a tensão admissível σ_{adm} . A verificação de trinca ou falha com diâmetro maior que $2a_c$ deve ser realizada por ultrason, ou por métodos de raio X, ou *proof tested*.

Em vasos de parede espessa, geralmente aplicados em prensas isostáticas, a distribuição de tensão na parede é representada pela Equação 3.18 e Figura 3.3.2. Inicialmente deve-se assegurar que a tensão máxima não seja superior à tensão admissível do material.

$$\sigma_L(x) = \frac{pR_i^2}{e(2R_i + e)} \left[1 + \left(\frac{R_i + e}{R_i + x} \right)^2 \right] \quad (3.18)$$

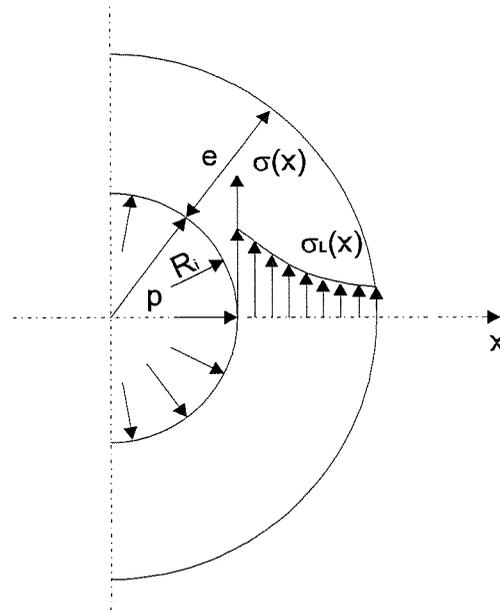


Figura 3.3. 2- Distribuição de tensão em um cilindro de parede espessa e submetido à pressão interna p . [ZHENG et al. (1995)]

A possibilidade de ocorrência de propagação de trinca por fadiga é aumentada quando o vaso é submetido ao carregamento cíclico. Uma trinca se inicia no ponto de máxima tensão. A máxima tensão é normalmente devido à concentração e amplificação de tensão. Concentração de tensão pode ocorrer nas superfícies do vaso na forma de riscamento, pontos de oxidação ou cantos agudos. No interior da parede as concentrações de tensões são devidas à presença de falhas como inclusões, contornos de grãos e outros [FOLIAS (1989)].

A presença de uma trinca superficial interna contribui com a ação da pressão p atuante em suas faces. Esta contribuição é somada a pressão interna da parede obtida pela Equação 3.18 e é representada pela Equação 3.19 e ilustrada na Figura 3.3.3.

$$\sigma(x) = p \left\{ 1 + \frac{R_i^2}{e(2R_i + e)} \left[1 + \left(\frac{R_i + e}{R_i + x} \right)^2 \right] \right\} \quad (3.19)$$

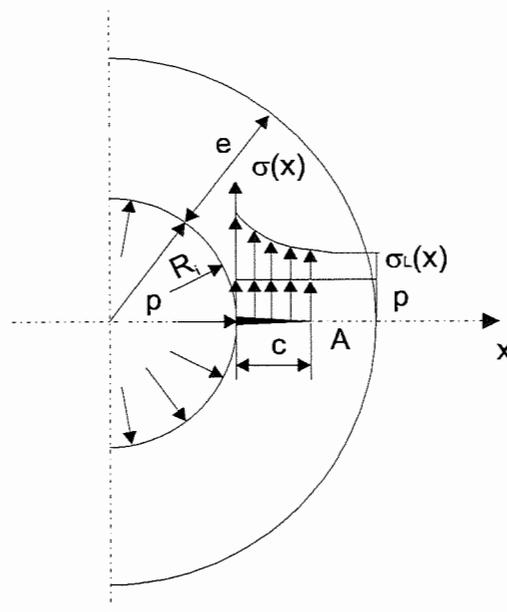


Figura 3.3. 3- Distribuição de tensão em um cilindro de parede espessa, com trinca superficial semi-elíptica e submetido à pressão interna p. [ZHENG et al. (1995)]

Trincas superficiais semi-elípticas são eventualmente encontradas em vasos de pressão durante a fabricação e manuseio. A análise da propagação e fratura destas trincas por fadiga é de grande interesse prático. Defeito por fadiga é um fenômeno de crescimento de trinca progressivo, que, a não ser que seja detectado no início, pode levar a defeitos catastróficos, portanto, no projeto deve-se ter um completo entendimento deste fenômeno e como enfrentá-los. [ZHENG et al. (1995), FOLIAS (1989)].

Um mecanismo preciso da iniciação de trinca por fadiga é extremamente complexo e não muito bem entendido [FOLIAS (1989)]. A determinação do fator de intensidade de tensão é um recurso importante na previsão deste defeito [ZHENG et al. (1995)].

O Cálculo da espessura mínima de um vaso de pressão é feito pelo método de ASHBY (1992), o qual apresenta uma equação para determinação da espessura mínima da parede do vaso de pressão para aplicações em prensas isostáticas (Equação 3.20).

$$e = \frac{S_f \cdot p \cdot R}{\sigma_e} \quad (3.20)$$

Nesta equação, e é a espessura mínima da parede, S_f é coeficiente de segurança, p é a pressão interna no vaso, R é o raio interno do vaso e σ_e é a tensão de escoamento. Para vasos destinados à prensas isostáticas, com aço liga forjado ASHBY (1992) sugere um coeficiente de segurança igual a 2.

4- METODOLOGIA APLICADA

A verificação da hipótese que estabelece a influência dos métodos de conformação (injeção cerâmica e prensagem isostática) nas propriedades das cerâmicas avançadas estruturais, é obtida através da geração de corpos de prova que são submetidos a ensaios apropriados. A seleção da matéria prima, das características de processamento, dos corpos de prova e dos ensaios são objetos da metodologia aplicada.

Na elaboração da metodologia aplicada, procura-se manter o controle e observação de todas as variáveis possíveis, desde a obtenção de matéria prima, processamento, conformação dos corpos, sinterização, caracterização e ensaios dos corpos de prova. NIELSZ (1983) comenta que as propriedades dos materiais cerâmicos são determinadas por todo o seu processamento. É essencial que no estudo das suas propriedades tenha-se conhecimento dos parâmetros de processo, natureza química, microestrutura e características do pó. LEE et al. (1995), afirmam que o desenvolvimento de uma metodologia para avaliar o desempenho dos corpos cerâmicos para o uso estrutural é tão importante quanto as etapas de preparação do pó, conformação, sinterização e acabamento superficial dos corpos de prova.

A metodologia elaborada é fundamentada em normas técnicas especializadas, em tendências para futuras normas, nas propostas de modificações das vigentes e nos pareceres atualizados por pesquisadores e cientistas da área.

4.1- Formulações e Preparação da Matéria Prima

Para o presente trabalho foram selecionadas duas formulações básicas de alumina, alumina 99,5% (com teor de 99,5% de alumina) e alumina 96% (com teor de 96% de alumina). Cerâmicas baseadas em alto teor alumina apresentam uma adequada escolha de material, suas características e propriedades representam o comportamento geral das cerâmicas avançadas estruturais. Podem representar com sucesso o desempenho em muitas aplicações de contato deslizante e propriedades mecânicas. Relativamente ao comportamento no contato deslizante, BLOMBERG et al. (1994) comentam que a alumina pode representar o comportamento geral das cerâmicas avançadas, seja, na alta dureza, fragilidade e inércia química.

Para a obtenção da Alumina 99,5% e Alumina 96% formulou-se uma composição de matérias primas. As formulações empregadas são apresentadas na Tabela 4.1.1 e são referentes à porcentagem em peso da matéria prima seca à 110°C.

Tabela 4.1.1- Formulação da matéria prima empregada.

Materiais	Alumina 99,5%	Alumina 96%
Alumina S-5G	99,90	95,15
Argila São Simão	-	1,85
Caulim Branco Coloidal	-	1,76
Feldspato Potássico	-	2,02
MgO - P.A. (para análise)	0,25	-

Para a matéria prima básica em alumina, principal componente da formulação, empregou-se a alumina S-5G, produzida pela ALCAN Alumínio do Brasil S.A.. Esta matéria prima é recomendada pelo fabricante para aplicações nobres como as de cerâmica avançada estruturais e é uma alumina especial produzida em fornos calcinadores rotativos à partir do hidrato de alumina. Este hidrato é obtido do minério da bauxita através do

processo "Bayer". Possui estrutura cristalina estável denominada alumina alfa e apresenta baixo teor de sódio.

Na formulação da Alumina 96%, os demais elementos adicionados objetivam a redução do custo de processamento e melhoria das propriedades mecânicas do produto obtido. A argila e o caulim proporcionam maior plasticidade e característica des liga do pó cerâmico; o feldspato proporciona a redução na temperatura de sinterização.

Na formulação da Alumina 99,5% adota-se a dopagem com MgO, sua influência na sinterização de alta alumina é muito empregada e estimulada. Seus principais efeitos são citados: suprime a porosidade nos contornos de grão; elimina o crescimento anormal do grão e diminui a taxa de crescimento médio do grão [HANDWERKER et al. (1989); BAE et al. (1994)]. Aluminas de grau comercial contém pequenas quantidades de impurezas, particularmente o Ca e o Si que são responsáveis pelo crescimento anormal dos grãos, tanto na morfologia como na homogeneidade. A presença de MgO segrega estes elementos para os contornos de grãos, inibindo suas manifestações [BAIK et al. (1991)].

4.1.1- Moagem da alumina

Tamanho de partículas pequenos (abaixo de $1\mu\text{m}$) são desejáveis para as partículas cerâmicas, entretanto, a forma da distribuição granulométrica (estreita ou larga) deve ser controlada. Esta combinação está relacionada com a cinética de sinterização e empacotamento dos pós cerâmicos [TING et al. (1994)]. A distribuição granulométrica adequada é aquela que estabelece o compromisso na obtenção da maior densidade, baixa porosidade, pequeno crescimento dos grãos (tamanho médio de $3\mu\text{m}$) e uniformidade dos grãos [TING et al. (1994)].

A alumina S-5G foi moída em dois tipos de moinhos, em moinho vibratório e em moinho de bolas.

No moinho vibratório, moeu-se via úmido, por 120 horas, 1500g de alumina, adicionada de 2% em peso de etileno glicol (lubrificante) e 0,3% em peso de poliacrilato de amônia (defloculante). Utilizou-se como elementos de moagem, cilindros regulares com dimensão de 13mm, a uma relação de 1:15 entre pós de alumina e elementos de moagem (em peso). Obteve-se 50% das partículas com diâmetro médio equivalente abaixo de 0,5 μm . A distribuição granulométrica obtida pode ser observada através da Figura 4.1.1 [FORTULAN (1996)].

No moinho de bolas, moeu-se via úmido, por 120 horas, 1150g de alumina, adicionada de 2% em peso de etileno glicol (lubrificante) e 0,3% em peso de poliacrilato de amônia (defloculante). Utilizou-se como elementos de moagem, esferas com diâmetro de 13mm, a uma relação de 1:7 entre pós de alumina e elementos de moagem. Obteve-se 50% das partículas com diâmetro médio equivalente abaixo de 1,5 μm . Na Figura 4.1.1 é apresentada a distribuição granulométrica obtida. [FORTULAN (1996)]

A otimização da distribuição granulométrica é necessária e aconselhável. Ensaiou-se a mistura dos pós obtidos pelos moinhos vibratório e de bolas. Nela verificou-se e adotou-se a mistura que promove a maior densidade da cerâmica sinterizada com a menor taxa de retração de sinterização.

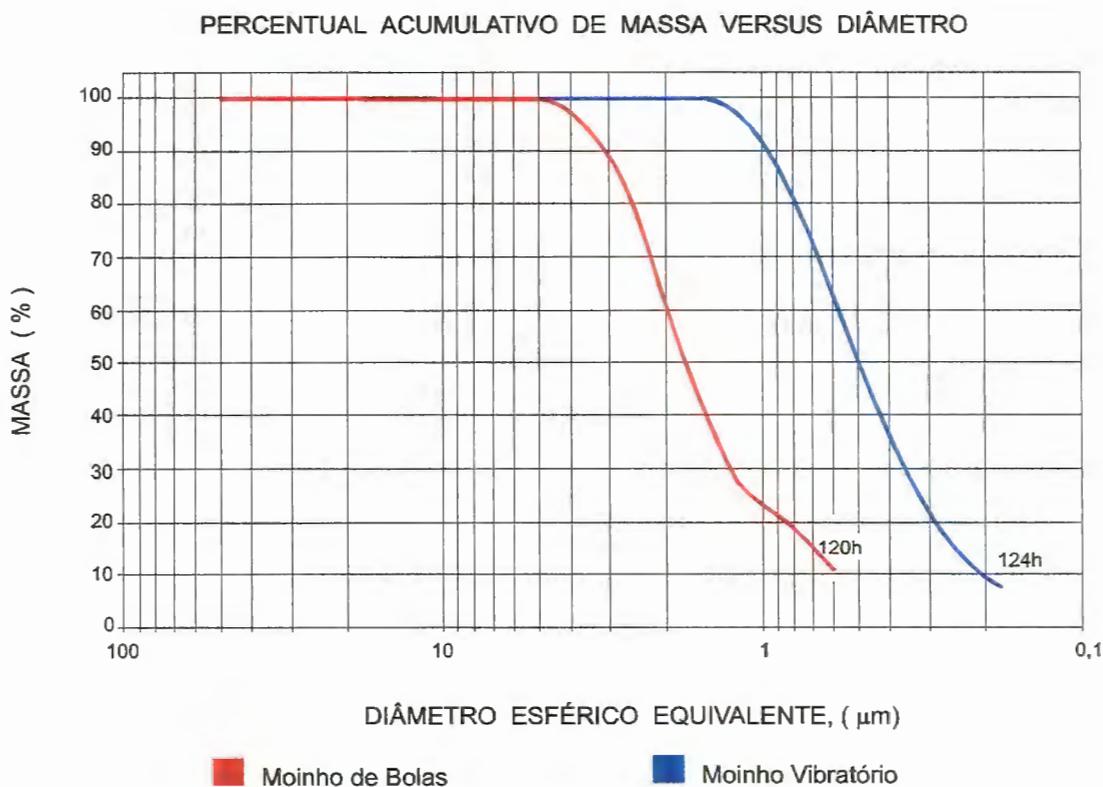


Figura 4.1. 1- Distribuição granulométrica obtida pela moagem da alumina calcinada 5SG

Na preparação da Alumina 96, posteriormente as moagens da alumina S-5G em moinho de bolas e vibratório, utilizou-se do moinho de bolas para a moagem e mistura dos demais componentes com a alumina moída. Adicionou-se no moinho 1,0 kg de matéria prima (formulação contida na Tabela 4.1.1), utilizou-se da alumina ainda em suspensão e completou-se 0,3% em peso de poliacrilato de amônia (referente aos demais componentes adicionados) e 7,0 kg de elementos de moagem esféricos ($\varnothing 13\text{mm}$). Moeu-se por mais 48 horas via úmido (água até cobrir as bolas).

Na preparação da Alumina 99,5, a quantidade equivalente de MgO foi adicionada já no início da moagem juntamente com a alumina em ambos os moinhos.

4.1.2- Preparação da composição de alumina para a injeção cerâmica

Para o processamento por injeção cerâmica, à baixa pressão de injeção (0,7 MPa), selecionou-se uma Mistura Cerâmica Injetável (MCI) composta por 55% (em volume) de pó cerâmico e 45% (em volume) de Veículo Orgânico (VO). O pó cerâmico foi preparado e misturado com o veículo orgânico e armazenado.

a) Preparação do pó cerâmico

Após a moagem e mistura secou-se o pó em estufa à 120°C e desaglomerou-se até passar em malha #200 mesh.

b) Veículo orgânico

A composição do veículo orgânico é baseada na baixa pressão de injeção. Emprega-se o sistema termocera, onde há um predomínio das termoceras e conseqüentemente uma baixa fluidez. A composição do VO é apresentada da Tabela 4.1.2. Nesta formulação de múltiplos componentes, procura-se estabelecer as características da MCI e a facilidade de extração do VO pelo processo de difusão e degradação térmica. A participação dos componentes prescrevem as características da MCI e representam as categorias dos componentes do VO, a saber: para o componente principal, o polietileno de baixa densidade (LDPE); para o componente secundário, a cera de parafina; para o plastificante a cera de carnaúba, a cera de abelha e o breu; e para o auxiliador de processamento o ácido esteárico.

Tabela 4.1.2- Formulação do VO empregado.

Materiais	Proporção Volumétrica (%)
LDPE	33
Cera de parafina	33
Cera de camaúba	20
Cera de abelha	9
Breu	3
Ácido esteárico	2

4.1.3- Preparação da composição de alumina para a prensagem isostática

Para o material destinado a prensagem isostática foi adicionado 3% em peso de PVAL previamente dissolvido em água e misturou-se em moinho de bolas por 24 horas, controlou-se a concentração de 33% em peso de água sobre a quantidade de pós. Secou-se em *spray-drier* e classificou-se os grânulos que passaram em malha #80 mesh e ficaram retidos em malha #200 mesh. Secou-se os grânulos à 110°C por 8 horas e armazenou-se em um recipiente fechado.

4.1.4- Matérias primas utilizadas

a) Alumina calcinada 5S-G

Granulometria: #325 mesh

Procedência: Alcan Alumínio do Brasil S.A.

Lote: Silo B Lote 24

Densidade Compactada: 1,20 g/cm³

Área Superficial: 0,95 m²/g

Diâmetro Esférico Equivalente: 4,08 microm

Análise Química (% em peso):

Al ₂ O ₃ %	SiO ₂ %	Fe ₂ O ₃ %	Na ₂ O %	CaO %	L.O.I % 110-1100°C	Umidade % 110°C
99,70	0,03	0,03	0,07	0,07	0,10	0,06

b) Argila São Simão

Granulometria: #325

Procedência: Minasolo Comércio e Representações Ltda

Densidade batida: 0,80 a 0,90 g/cm³ (malha #325 mesh)

Lote: 078/92

Análise Química (% em peso):

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO ppm	MgO %	Na ₂ O ppm	K ₂ O %	TiO ₂ %	P ₂ O ₅ %	MnO %	PF-% 900°C
49,5	28,5	1,08	730	0,16	750	0,46	0,8	0,05	0,01	18,81

c) Caulim branco coloidal

Granulometria: #325 mesh

Procedência: Minasolo Comércio e Representações Ltda

Densidade Real: 2,60 g/cm³

PH: 4,5-5,5

Lote: MCP-325

Análise Química (% em peso):

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	Na ₂ O %	K ₂ O %	TiO ₂ %	PF-% 900°C
45,18 a 46,00	38,76 a 39,60	0,08 a 0,45	0,05 a 0,20	0,19 a 0,29	traços	13,60 a 14,00

d) Feldspato potássico (ortoclásio) K(AlSi₃O₈)

Granulometria: #325 mesh

Procedência: Minasolo Comércio e Representações Ltda

Lote: MCK 200

Densidade real: 2,57 g/cm³Densidade aparente (batido): 1,046 g/cm³

Temperatura de fusão: 1280 °C

Análise Química (% em peso):

SiO ₂ %	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	CaO	MgO	Na ₂ O %	K ₂ O %	PF-% 900°C
65,70	18,7	0,03	traços	traços	1,94	13,36	0,86

e) Álcool polivinílico (PVAL)

Procedência: Vetec Química Fina Ltda.

Especificação: Para Síntese

Peso molecular 72.000

Lote: 861451

f) Polietileno de baixa densidade (LDPE)

Tipo Na 679, produzido pela Poliolefinas.

4.1.5- Equipamentos utilizados

Para preparação da matéria prima e a realização dos ensaios foram empregados os seguintes equipamentos.

- Balança, para pesagem da matéria prima, modelo TS4kD, com precisão de 0,01g e capacidade de 4000g, fabricada pela OHAUS.
- Moinho Vibratório, revestido em poliuretano, fabricado pelo LAMAFE - EESC -USP.
- Moinho de Bolas, com jarro revestido em poliuretano, fabricado pelo LAMAFE-EESC-USP.
- Sedigraph 5100 V202, produzido pela Micromeritics, utilizado para medição da distribuição granulométrica.
- Spray Drier, modelo MOBILE MINOR SPRAY DRYER, fabricado pela A/S NIRO ATOMIZER, DENMARK.
- Forno elétrico de 1700°C, modelo F-1700°C, elementos resistivos de MoS₂ (Super Kanthal), fabricado pela EDG - Equipamentos.
- Balança, para medidas de desgaste, modelo H54AR, com precisão de 0,00001g, fabricada pela Mettler, Suíça.
- Máquina de ensaio de dureza Vickers, VEB, modelo M 308/33, nº de série

138.66514, fabricada pelo combinado de máquinas ferramentas FRITS HECKERT, Alemanha, 1979.

- Máquina de tração, modelo TTDML, INSTRON, nº de série 3241, EUA.
- Microscópio óptico, modelo AXIOTECH 100HD, CARL ZEISS, Alemanha.

4.2- Ensaaios

A análise do desempenho dos corpos de prova é feita em três grupos principais que incluem as análises emergentes da atual fase de processamento. Nesta, os três grupos nominativos são: caracterização da microestrutura (microestrutura, medidas de densidade, dureza), propriedades mecânicas (compressão, dureza Vickers, tenacidade à fratura) e resistência ao desgaste.

4.2.1- Caracterização da microestrutura

A observação da microestrutura permite a verificação da existência e da concentração de vazios, a observação dos grãos (forma, distribuição, tamanho, homogeneidade), dos contornos de grão, dos defeitos de usinagem e outros. Com estas observações torna-se possível analisar qualitativamente o desempenho do produto. NIELS (1983) acrescenta que a resistência mecânica é uma propriedade que é criticamente dependente da microestrutura, não apenas da microestrutura média do material, mas também de suas singularidades.

Medidas de densidades aparentes, sua relação com as densidades teóricas e retração linear foram realizadas durante o processamento. Estas avaliações conjuntas com a caracterização da

microestrutura permitem a evolução do processamento dos corpos de prova. Medidas de densidades à verde são feitas em pastilhas, obtidas dos próprios corpos de prova, utilizado-se micrômetro de precisão de 0,01 mm e balança com precisão de 0,001g. Medidas de densidades de peças sinterizadas são realizadas nas pastilhas e nos próprios corpos de prova, através dos método de imersão em meio aquoso pelo princípio de ARCHIMEDES.

A medida de dureza é determinada pelo método de indentação Vickers, com carga de 98N.

4.2.2- Propriedades mecânicas

A análise das propriedades de resistência mecânicas possibilita a comparação entre os métodos de conformação. Alguns destes valores foram obtidos através de ensaios de compressão. O método de ensaio, para cerâmicas estruturais, tem estado em processo de padronização. AWAJI et al. (1993) comentam que a *Associação Japonesa das Cerâmicas Finas* tem trabalhado para estabelecer normas para avaliação das propriedades das cerâmicas avançadas em adição a atual *norma JIS for compressive test methods for ceramics* [(JIS R1608 (1990)]. QUINN (1996) comunica que a composição da norma ASTM para testes compressivos já se encontra em estágio de votação. AWAJI et al. (1993) antecipam a proposta para a futura forma dos corpos de provas, em adição na norma JIS R1608 (1990), ou seja, a forma *Dumbell*. Neste corpo de prova, sob compressão, evita-se o efeito das arestas, comuns aos testes de flexão. Estes corpos de prova são obtidos com relativa facilidade em ambos os processos de conformação, evitando-se, excessivas usinagens para preparação dos corpos de prova e, conseqüentemente, minimizando a introdução de defeitos. A Figura 4.1.2 apresenta o desenho esquemático dos corpos de prova deste experimento.

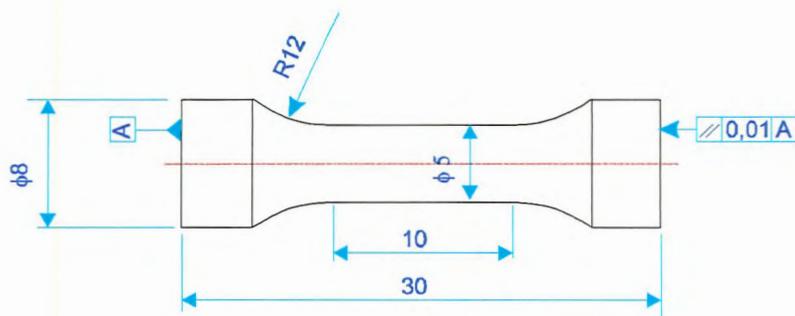


Figura 4.1. 2- Desenho esquemático do corpo de prova para o ensaio de compressão (dimensões em mm) [AWAJI et al. (1993)].

4.2.3- Resistência ao desgaste

O experimento de ensaio de desgaste faz-se pelo contato em deslizamento à seco, utilizando um equipamento do tipo *pin-on-disc*. PERES UNZUETA et al. (1991) e ZUN GAHR (1989), sugerem que este equipamento pode ser utilizado como padrão de experimentos de desgaste. A Figura 4.1.3 apresenta uma sugestão de LIMA (1996) para o desenho esquemático de um pino e de um disco, os quais, foram adotados para o presente ensaio de desgaste. O disco é obtido por prensagem uniaxial e é produzido pela mesma matéria prima do pino. O pino é ainda montado em uma haste metálica para fixação no equipamento. Esta fixação é ilustrada na Figura 4.1.4 onde apresenta-se duas configurações, em a) a adotada por LIMA (1996) e em b) uma modificação relativa a fixação do pino que garantiu maior rigidez e estabilidade da montagem.

ANDERSSON et al. (1993) recomendam que o ensaio e aplicação de desgaste para representar a classe das cerâmicas avançadas sejam feitos com cerâmicas a base de alumina e estabelecem que para a alumina, o ensaio deve ser realizado com velocidade de deslizamento e carregamento abaixo do limite de transição entre o desgaste suave e o desgaste severo. Nestas condições, a vida do produto de cerâmica à base de alumina torna-se confiável.

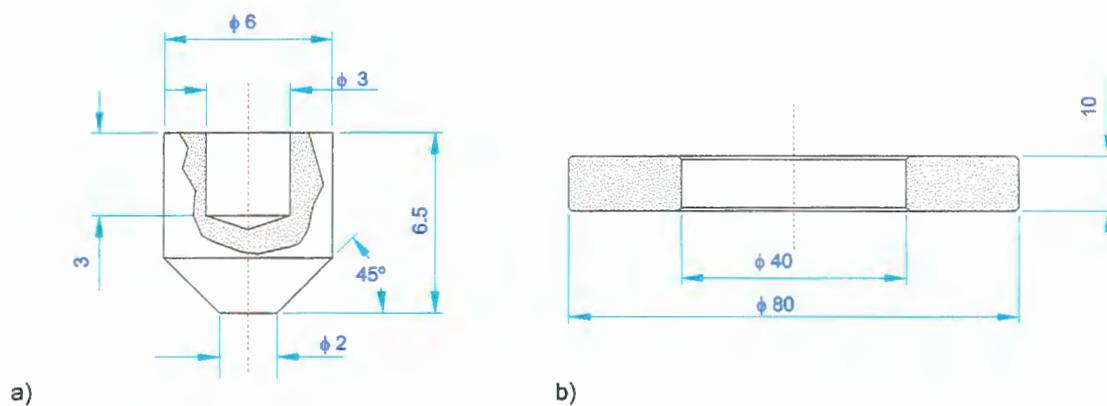


Figura 4.1. 3- Desenho esquemático, em a) o pino e em b) o disco empregado no ensaio de desgaste tipo *pin-on-disc* (dimensões em mm) [LIMA (1996)].

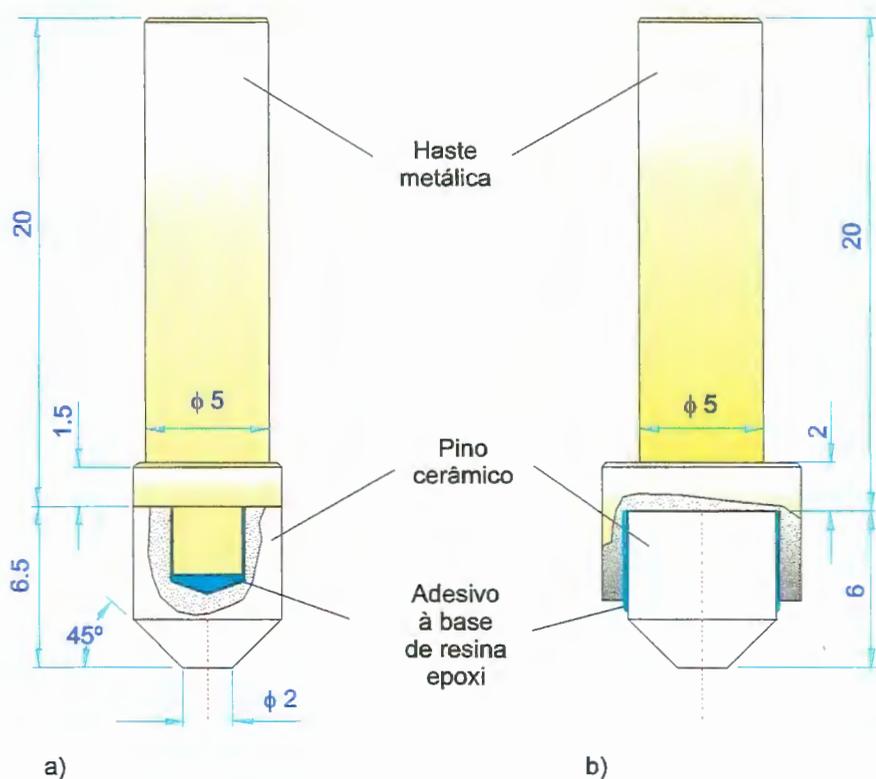


Figura 4.1. 4- Desenho esquemático da montagem do pino cerâmico na haste metálica, em a) montagem desenvolvida por LIMA (1996) e em b) a configuração adotada neste trabalho (dimensões em mm).

5- PROJETO DA PRENSA ISOSTÁTICA, MOLDES, CONFORMAÇÃO E USINAGEM DOS CORPOS DE PROVA.

O desenvolvimento do trabalho envolveu o desenvolvimento, projetos e construção de equipamentos, dispositivos de usinagem e moldes. Esta fase do desenvolvimento tornou-se indispensável, devido a características como a indisponibilidade de equipamentos de fabricação nacional, a escassez de dados sobre projetos de moldes e condições de usinagem, a necessidade de manutenção periódica e ao emprego de condições extremas de pressões e velocidades de usinagem que devem ter suas características perfeitamente conhecidas, asseguradas e disponíveis aos pesquisadores e usuários.

Ressalta-se que as características de projetos de equipamentos e moldes influenciam diretamente no desempenho dos produtos por eles obtidos. O detalhamento do princípio de funcionamento destes projetos, as características e a adoção dos critérios envolvidos devem ser amplamente discutidas e avaliadas. Nos projetos deve-se assegurar que se alguma região singular ou alguma característica predominante for inerente ao processo, deve-se assegurar que sua manifestação não comprometa o desempenho do produto. Nos corpos de prova, tais singularidades são previstas como por exemplo a localização da entrada de alimentação e no processo de injeção, deve ser localizada nas regiões de menor sollicitação.

Os principais projetos desenvolvidos e executados são discutidos e apresentados.

5.1- Prensa Isostática

A prensa isostática desenvolvida, trata-se de uma prensa isostática à frio via úmido (*wet bag*). Seu princípio de funcionamento é obtido pela pressurização de um fluído dentro de um vaso de pressão através de um *booster* hidro-pneumático e atinge pressões máximas de 200MPa. Apresenta volume interno útil de aproximadamente 5 litros (\varnothing 150mm, h 300 mm), com ciclo de prensagem em torno de 10 minutos. Tem pequeno porte (780 x 1300 x 1200 mm) e peso de 700kg e é adequada para a produção de pequenos lotes ou desenvolvimento de produtos.

A prensa é basicamente composta por um vaso de pressão, uma tampa, um sistema de trava da tampa no vaso, uma unidade hidro-pneumática, e uma estrutura metálica, conforme ilustra a Figura 5.1.1.

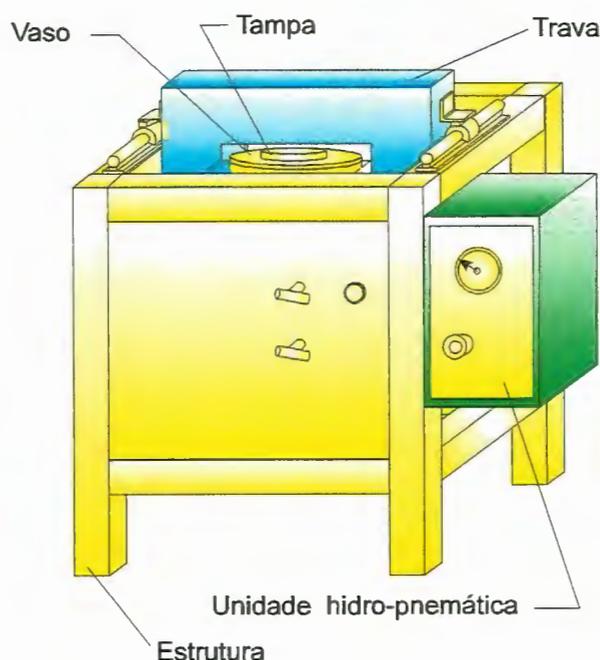


Figura 5.1. 1- Prensa isostática à frio via úmido.

5.1.1- Vaso de pressão

Os vasos de pressão para esta aplicação normalmente são cilindros forjados de parede espessa. Uma das extremidades do cilindro é fechada com uma tampa roscada ou obtido pela usinagem de um tarugo do mesmo material. A outra extremidade deve possuir uma tampa removível para abertura e acesso ao interior do vaso. Todos os materiais, metálicos ou não, empregados na construção de vasos de pressão devem ter suas propriedades perfeitamente conhecidas e garantidas e, por isso, só são empregados os materiais que obedeçam completamente as características especificadas.

ASHBY (1992) apresenta quatro possibilidades possíveis para a confecção de vasos de pressão para prensas isostáticas, relacionadas com o processo de fabricação e materiais empregados, principalmente.

- Usinagem à partir de um sólido. A usinagem de um sólido em bruto, previamente forjado, apresenta muito material descartado, mas possibilita um produto confiável, além do material ser de fácil obtenção no mercado e ter custos relativamente reduzidos.
- Trabalhado à quente. Obtido através do forjamento do aço na forma de um tubo de parede espessa e acabado posteriormente através de usinagem. A maior vantagem desta possibilidade é devida a economia de material, entretanto, exige um processo de forjamento dedicado e, conseqüentemente, com um custo oneroso em pequenas produções.
- Fundição. A fundição do vaso e acabamento por usinagem poderia ser uma outra opção para a confecção desses componentes, porém, a elevada possibilidade da existência de defeitos de fundição inviabiliza este método. A fundição não deve ser utilizada para construção de vasos de altas pressões.

- Soldagem. A soldagem de anéis previamente usinados poderia ser uma opção de fabricação de vasos. Esse processo, todavia é muito propenso a defeitos e não deve ser aplicado.

Relativamente ao material, quando sua seleção for para materiais dúcteis, estes podem ter coeficientes de segurança menores do que os materiais frágeis, isto porque os dúcteis escoam (deformam-se plasticamente) nas regiões de altas concentrações de tensões e dessa forma redistribuem e aliviam as tensões internas, não havendo a ruptura súbita sem uma deformação prévia. Os materiais frágeis por sua vez se rompem catastroficamente exibindo pouca ou nenhuma deformação plástica. [TELLES (1991)]

Para emprego em estruturas e vasos de pressão são favoráveis os materiais que apresentem elevada tensão de escoamento, elevada tenacidade, elevada relação **limite de ruptura/limite de escoamento** e boa soldabilidade. Para aplicações específicas, em temperaturas ambientes, desde que não seja usado o processo de soldagem, os aços liga cromo-molibidênio ligados ao níquel são as opções mais favoráveis para construção de vasos de pressão [SILVA (1988)]. O Ni combinado com o Cr e o Mo, melhora as propriedades mecânicas do material e, em altos teores, confere resistência à corrosão [BRESCIANI (1991)]. Aços com estas características são favoráveis por serem aplicáveis em produtos de elevado consumo e conseqüentemente a custos aceitáveis. Quando desgaseificado e desoxidado sob vácuo, forjado e testado por ultra-som, é a escolha mais favorável para a fabricação de vasos, tampas e travas.

O processo de forjamento garante ao vaso diminuição dos defeitos, diminuição do tamanho e orientação dos grãos, além de orientar os óxidos e outras impurezas nas linhas de tensões.

Os aços liga com composição próxima a C 0,30; Mn 0,60; P 0,009; S 0,010; Si 0,05; Ni 3,00; Cr 1,00; Mo 0,40; V 0,10; Cu 0,07 são geralmente empregados em construção de vasos de pressão. No Brasil a empresa ELETROMETAL S.A. - Metais Especiais, através de seu departamento técnico recomenda o aço de sua produção denominado E 6958-ISOTENAX

Selecionando-se um tarugo deste aço liga, forjado e em bruto, uma usinagem interna da câmara do vaso se faz necessária. Esta usinagem deve ser cuidadosamente elaborada, evitando rugosidades excessivas e regiões de concentração de tensões. Após feita a usinagem deve-se realizar testes hidrostáticos acima da pressão máxima de trabalho.

5.1.1.1- Dados técnicos do aço selecionado para a fabricação do vaso de pressão

Aço liga denominado E 6948-ISOTENAX, elaborado em forno elétrico a arco, subsequentemente desgaseificado e desoxidado sob *vácuo* (*Vacuum Argon Degassing - VAD*) e refinado sob escória (*Electro Slag Refining - ESR*). Produzido pela ELETROMETAL S.A. - METAIS ESPECIAIS.

• Composição química diretriz

Elemento	%	Elemento	%
C	0,37	Cr	1,13
Si	0,33	Ni	3,20
Mn	0,60	Mo	0,45
P	0,010 máx	V	0,15
S	0,003 máx		

• Tratamentos térmicos

Recozimento, normalização, têmpera e revenimento

- **Propriedades mecânicas**

Resistência à tração - 930 MPa (mínimo)

Limite de escoamento (0,2%) - 827 MPa (mínimo)

Alongamento - 14% no mínimo

Redução de área - 45% no mínimo

5.1.1.2- Dimensões iniciais do vaso de pressão

O vaso da prensa em construção tem diâmetro interno (R_i) de 0,075m e altura interna de 0,30m e está projetado para trabalhar à uma pressão Máxima de 200MPa.

5.1.1.3- Cálculo da espessura mínima do vaso de pressão

Aplicando a equação 3.20 proposta por ASHBY (1992) com coeficiente de segurança (S_f) igual a 2, obtém-se uma espessura mínima de parede de 0,073m (Equação 5.1) para o vaso de pressão.

$$e = \frac{S_f \cdot p \cdot R}{\sigma_e} \quad (3.20)$$

$$e = \frac{2 \cdot 200 \cdot 0,15}{827} \frac{[MPa] \cdot [m]}{[MPa]} = 0,073m \quad (5.1)$$

Para o presente projeto determina-se uma espessura parede de 0,075m, e um raio externo de 0,300m. A Figura 5.1.2 apresenta um desenho esquemático do vaso projetado destacando as suas principais dimensões.

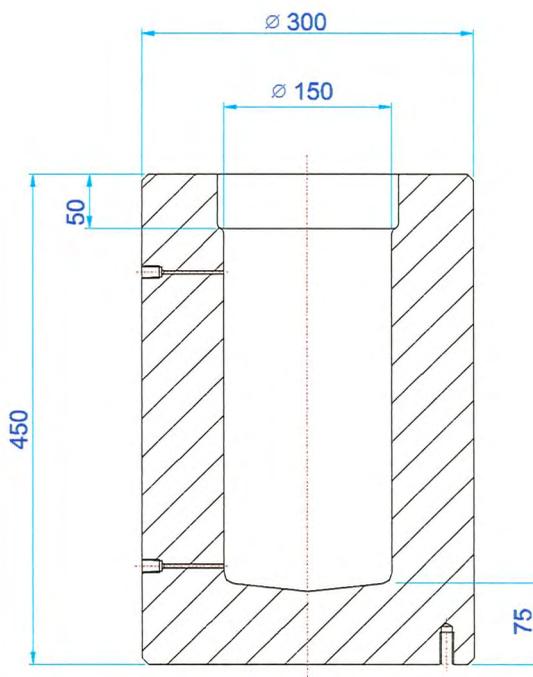


Figura 5.1. 2- Desenho esquemático do vaso de pressão da prensa isostática (dimensões em mm).

5.1.1.4- Verificação da máxima tensão

ZHENG et al. (1995) apresentam a distribuição de tensão em um vaso de parede espessa (Equação 3.18). Aplicando-se esta equação para uma espessura de 0,075m, obtém-se a máxima tensão que ocorre na superfície interna (Figura 3.3.2) a qual equivale a 334 MPa (Equação 5.2).

$$\sigma_L(0) = \frac{200 \cdot 0,075^2}{0,075 \cdot (2 \cdot 0,075 + 0,075)} \left[1 + \left(\frac{0,075 + 0,075}{0,075 + 0} \right)^2 \right] \frac{MPa \cdot m^2}{m \cdot (m + m)} \cdot \left(\frac{m + m}{m + m} \right)^2 = 334 MPa \quad (5.2)$$

Este valor é muito inferior ao limite de escoamento do material (827 MPa), entretanto, deve ser adicionada segurança para garantir que uma trinca não venha propagar.

5.1.1.5- Verificação da máxima tensão devido a presença de uma trinca superficial interna

A presença de uma trinca superficial interna amplificará a tensão da pressão na parede do vaso pela adição da pressão atuante em suas faces, aplicando a Equação 3.19 para a superfície interna ($x=0$) obtém-se uma tensão máxima de 534MPa. A presença de uma trinca superficial interna não compromete de imediato a resistência do presente projeto, pois tem-se que a tensão s_e do material é no mínimo 827MPa, entretanto, um crescimento do comprimento da trinca pela ação da fadiga é possível de ocorrer. Testes e verificações periódicas da integridade física da parede do vaso são necessárias.

$$\sigma(0) = 200 \left\{ 1 + \frac{0,075^2}{0,075(2 \cdot 0,075 + 0,075)} \left[1 + \left(\frac{0,075 + 0,075}{0,075 + 0} \right)^2 \right] \right\} \left[MPa \left[\frac{m^2}{m(m+m)} \cdot \left(\frac{m+m}{m+m} \right)^2 \right] \right] = 534 MPa$$

(5.3)

5.1.2- Tampa e sistema de fechamento

A tampa e o sistema de fechamento envolve uma importante seleção de possibilidades que determinarão a segurança, vedação, tamanho do equipamento, material, manufatura e custo. Três principais tipos de sistema de tampa são atualmente empregados:

- a) Rosca. Normalmente é obtida pela segmentação da rosca, tanto da tampa quanto do vaso, em geral em quatro partes para que a tampa entre livremente até o limite inferior do curso. Com apenas um giro de

1/8 de volta, obtém-se o aperto e travamento necessário (Figura 5.1.3a). Esta opção exige a usinagem interna da rosca no vaso e externa na tampa com o seccionamento delas.

b) Pino trava. Nesta opção, tanto a tampa como o vaso são perfurados transversalmente e, nesse furo é inserido um pino trava que tem a função de travar a abertura da tampa (Figura 5.1.3b). Esta opção exige um vaso com dimensões maiores e a usinagem dos furos desses de elevada precisão.

c) Grampo. Nessa alternativa um grampo pode ser colocado sobre o vaso com a tampa, apertando-a e impedindo sua saída. Os grampos podem ser do tipo "C" ou "O" (Figura 5.1.3c). Esta opção reduz o tamanho do vaso e da tampa mas incorpora a estrutura do grampo.

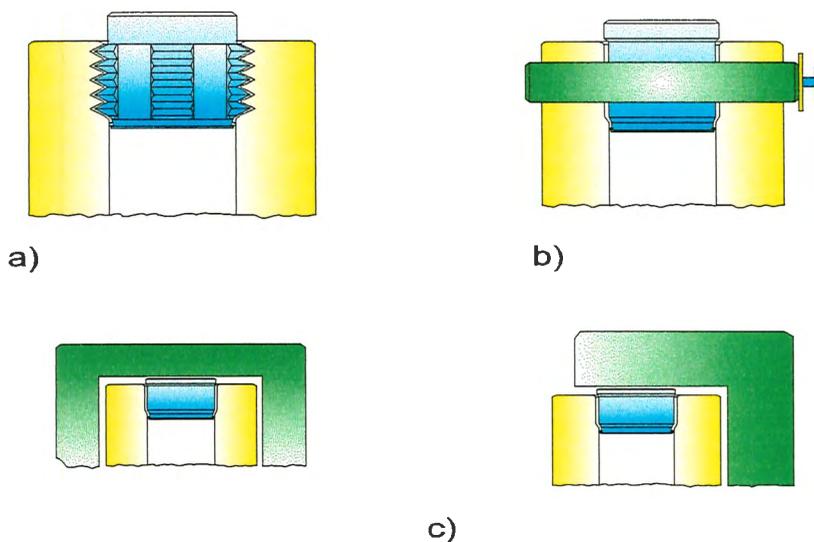


Figura 5.1. 3- Possibilidades de fechamento e travamento da tampa no vaso de pressão.

No presente projeto foi adotado o uso do grampo. Esta opção deve-se a necessidade de equipamentos de menores dimensões e mais convencionais, bem como a boa disponibilidade do material de construção. Com a construção simplificada, esta alternativa, possibilitou a redução dos custos e aumentou a flexibilidade construtiva.

As Figuras 5.1.4 e 5.1.5 apresentam respectivamente uma vista em corte frontal e uma vista em corte lateral e a Figura 5.1.6 a ilustração desta montagem.

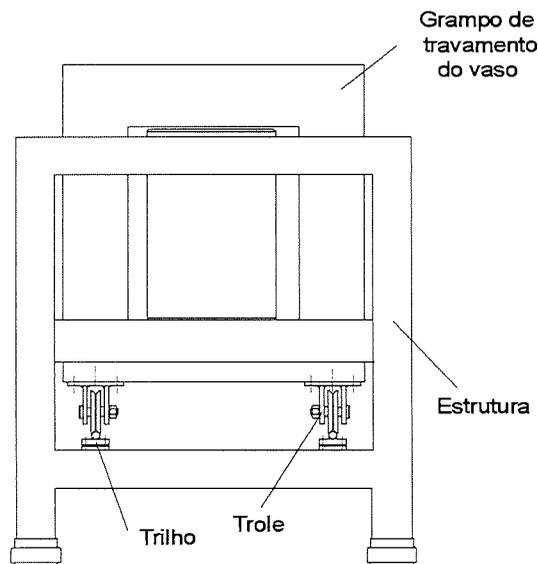


Figura 5.1. 4- Ilustração frontal e em corte da prensa isostática.

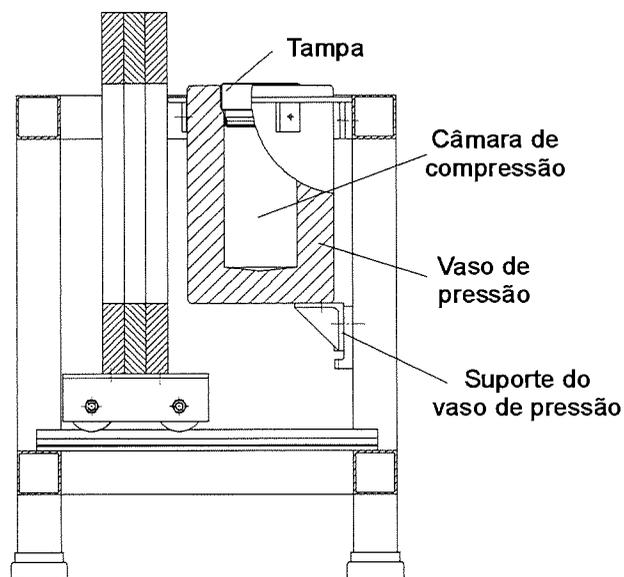


Figura 5.1. 5- Ilustração lateral e em corte da prensa isostática.



Figura 5.1. 6- Ilustração da montagem do grampo, tampa e vaso de pressão.

Para a seleção do material da tampa, empregou-se o mesmo material selecionado para a confecção do vaso.

5.1.3- Unidade hidro-pneumática

A unidade hidráulica compreende o fluido pressurizável, a bomba para pressurização e o diagrama hidráulico. Para o emprego em prensas isostáticas utiliza-se de uma configuração apropriada para altas pressões, alguns detalhes desta configuração são comentados.



5.1.3.1- O fluído

O Fluído pressurizável é composto pela mistura de água e óleo solúvel, com uma concentração de óleo entre 2 a 10%. A adição do óleo solúvel promove a lubrificação das válvulas e tubulações, onde o escoamento a alta pressão tem sua velocidade aumentada nos pequenos orifícios e conseqüentemente aumentado o desgaste pela erosão e assegura também a não oxidação do vaso e tampa. A água, em quantidade bem maior, tem a característica de ser um fluído relativamente pouco compressível e, em abundância, facilita a limpeza e o manuseio.

A mistura deve ser a mais transparente possível, para permitir a observação da contaminação do fluído por materiais cerâmicos do processo; não degradar, devido a permanência do fluído no vaso por tempo relativamente elevado; ser inerte ao contato com a pele do operador; e não tóxico, pois o contato constante do operador com o fluído é praticamente inevitável.

5.1.3.2- *Booster* hidro-pneumático

Para a pressurização do fluido adota-se o uso de intensificadores de pressão do tipo *booster* hidro-pneumático, cuja sua ilustração esquemática e a bomba utilizada são apresentadas pelas Figuras 5.1.6 e 5.1.7, respectivamente. Através de um diferencial de área de 300:1 e trabalho cíclico, transforma-se pressão de entrada de ar comprimido a 0,7MPa em pressão de saída de água/óleo a 210MPa. A operação de trabalho é cíclica e neste sistema, a pressão de entrada do ar é incrementada a medida que é aumentada a pressão de saída da mistura.

Estas bombas apresentam pequeno porte, baixo custo, baixo consumo de energia e fácil manutenção, porém, sua velocidade de alimentação é relativamente lenta.

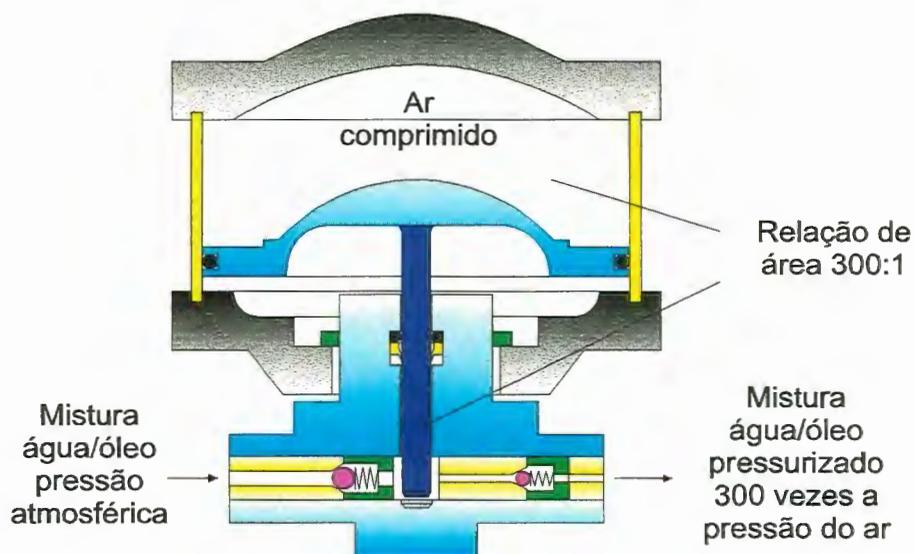


Figura 5.1. 7- Esquema básico de um *booster* hidropneumático para elevadas pressões.



Figura 5.1. 8- Apresentação do *booster* hidropneumático utilizado na prensa isostática.

5.1.3.3- Diagrama hidráulico

O diagrama hidráulico básico para este sistema é apresentado na Figura 5.1.9. As tubulações, conexões e válvulas devem ser fabricadas em aço inoxidável, como por exemplo o aço SAE 316 ou equivalente. Este aço inoxidável é indispensável devido suas excelentes propriedades mecânicas, elevada resistência à corrosão e oxidação, boa conformabilidade e preço acessível. A Figura 5.1.10 apresenta uma vista anterior da prensa destacando a montagem do diagrama hidráulico.

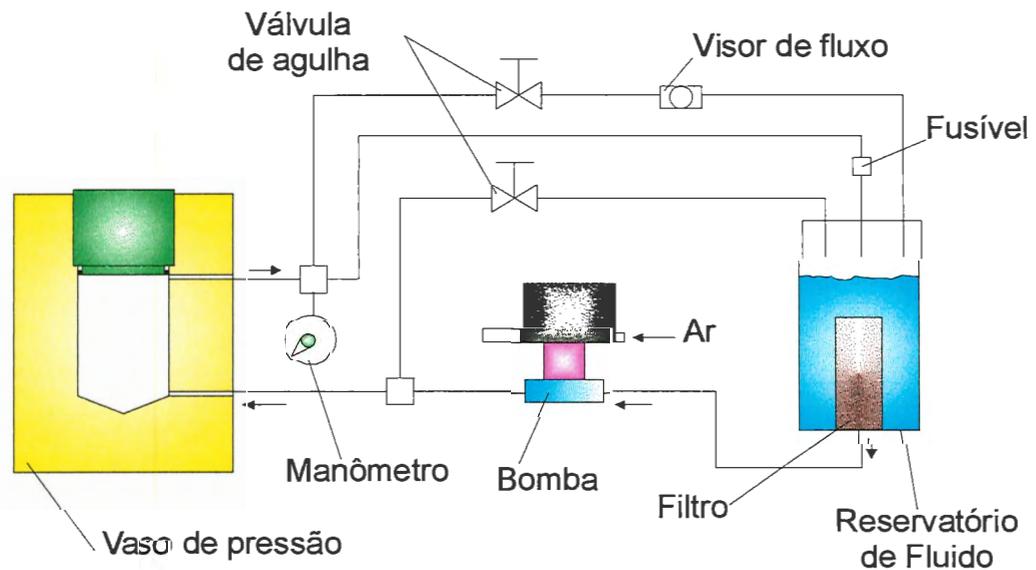


Figura 5.1. 9- Diagrama hidráulico da prensa isostática.



Figura 5.1. 10- Ilustração anterior da prensa destacando a montagem da unidade hidráulica da prensa isostática.

5.1.3.4- Diagrama pneumático

Esta unidade tem a função de controlar, purificar e lubrificar o ar comprimido que alimenta o *booster* hidro-pneumático. O ar comprimido é a força motriz de pressurização da prensa isostática. A pressão de alimentação do *booster* deve ser incrementada relativamente ao aumento da pressão hidráulica fornecida. Os elementos utilizados nesta unidade são um controlador de pressão, um manômetro, uma unidade filtrante, uma unidade de lubrificação, uma válvula solenóide de segurança, conexões e tubos. A Figura 5.1.11 apresenta um esquema do diagrama pneumático.

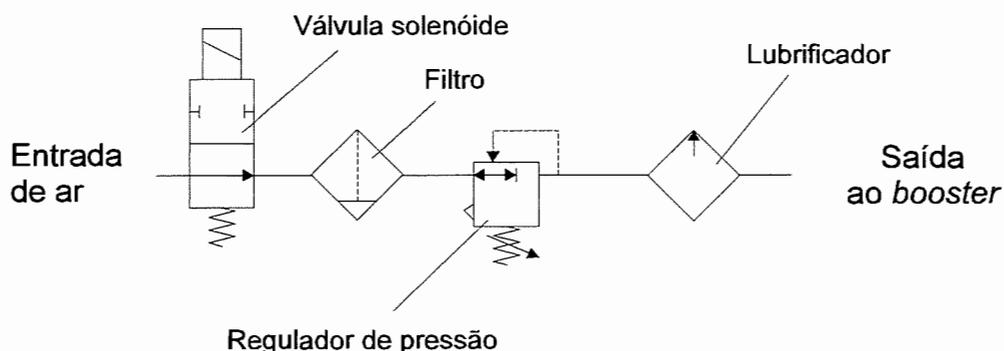


Figura 5.1. 11- Diagrama pneumático da prensa isostática.

A bomba HASKEL 1,5 HP utilizada no circuito consome 70 SCFM (pés cúbicos padrões por minuto) ou 2,0 M³N/minuto (metros cúbicos normais). Os componentes pneumáticos são selecionados para fornecer esta vazão.

5.1.4- Materiais e componentes utilizados

Na construção e utilização da prensa empregou-se componentes e materiais disponíveis no mercado. Os componentes do diagrama hidráulico e a bomba foram adquiridos de representantes de empresas internacionais dedicadas à alta pressão. Os principais componentes e materiais utilizados são os seguintes.

- Bomba hidro-pneumática, produzida pela HASKEL INTERNATIONAL, INC., modelo Pump Haskel 1,5 HP 300,000 psi série DHF 300.
- Componentes hidráulicos, produzidos pela BUTECH PRESSURE SYSTEMS.
- Componentes pneumáticos, produzido pela PARKER HANNIFIN Ind. e Com. Ltda.
- Óleo lubrificante, produzido pela ALKALLIS BRASIL - Indústria e comércio de Produtos Químicos Ltda., especificação ALKALISOL GG.

5.2. Moldes

O projeto de moldes é uma etapa com grande compromisso para com a qualidade do produto. As concentrações de tensões e os defeitos devem ser minimizados nesta etapa. Três diferentes formas de corpos de prova foram produzidos neste trabalho, o pino e o disco para o ensaio de desgaste e as colunas com forma “dumbel” para o ensaio de compressão. Os demais corpos de prova para os ensaios puderam ser obtidos a partir dos segmentos obtidos destes mesmos corpos.

5.2.1- Corpo de prova para compressão

Os corpos de prova para compressão obtidos pelos processos de injeção de massas cerâmicas e prensagem isostática devem ter acuracidade de paralelismo entre as bases de 0,01mm, rugosidade superficial Ra 0,2 μm e chanfro nas faces de 0,1 mm. A conformação dos corpos de prova deverão seguir as características normais de cada processamento, permitindo que a manifestação destas sejam caracterizadas nos ensaios. Suas características e considerações são apresentadas.

5.2.1.1- Molde para prensagem isostática

Através da prensagem isostática obtém-se um tarugo em bruto com dimensões superiores às do corpo de prova à verde. Em seguida, a forma final do corpo de prova é obtida por usinagem ainda à verde (não queimada). As dimensões à verde devem ser ainda superiores às do corpo de prova para compensar a retração de sinterização (Figura 5.2.1). Foi considerada uma retração de 23% para a etapa de prensagem e de 16%

para a de sinterização, adicionada de uma sobre-espessura para usinagem de 2mm no diâmetro.

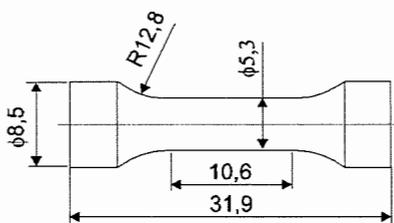


Figura 5.2. 1- Dimensões à verde obtida na usinagem do corpo de prova (dimensões em mm).

A determinação do diâmetro interno da borracha pode ser obtido à partir da Equação 5.4,

$$\phi_{iB} = (\phi_{cp} + S) \cdot F_p \quad 5.4$$

onde ϕ_{iB} é o diâmetro interno da borracha, ϕ_{cp} é o diâmetro do corpo de prova, S é a sobre espessura de usinagem e F_p é o fator de prensagem fornecido pela Equação 5.5.

$$F_p = \left(\frac{1}{1 - \frac{R_p}{100}} \right) \quad (5.5)$$

Nesta equação R_p é a retração de prensagem em porcentagem.

Considerando-se um molde com diâmetro interno cilíndrico, cujo máximo diâmetro do moldado seja 8,5mm, para uma retração de prensagem

de 23% e sobre espessura de usinagem de 2mm, tem-se que o diâmetro interno da borracha é de aproximadamente 16mm (Equação 5.6). O desenho esquemático do molde de prensagem e os tarugos prensados são apresentados pelas Figura 5.2.2 e 5.2.3, respectivamente. Na sua fabricação foi utilizado o poliuretano de dureza 35 shore A, obtido pela mistura de 18 partes em peso de UREOL 6414-B e 100 partes em peso do componente XB 5073-1, ambos procedentes da CIBA-GEIGY QUÍMICA S.A..

$$\phi_{iB} = (8,5 + 2) \cdot \left(\frac{1}{1 - \frac{32}{100}} \right) = 15,44 \approx 16\text{mm} \quad (5.6)$$

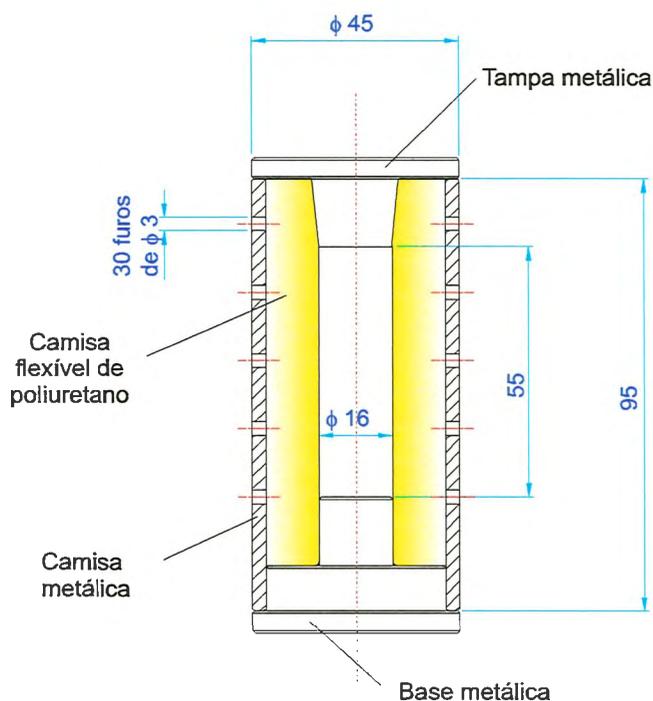


Figura 5.2. 2- Desenho esquemático do molde para prensagem isostática (dimensões em mm).

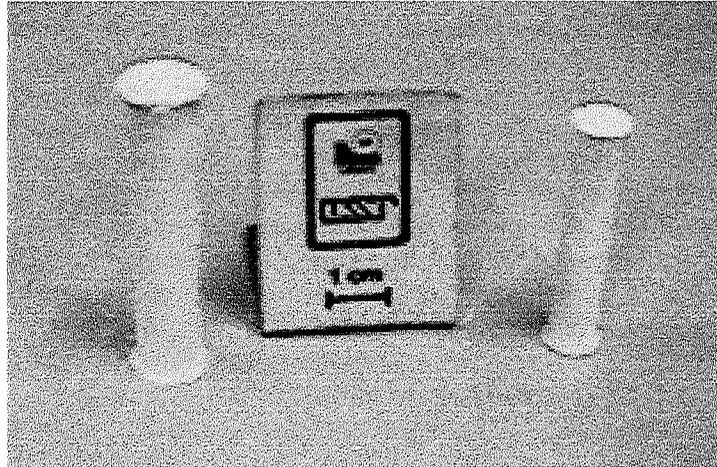


Figura 5.2. 3- Tarugos prensados para obtenção dos corpos de prova à verde (à esquerda) e sinterizado (à direita)

5.2.1.2- Molde para injeção

A conformação por injeção propicia a obtenção do corpo de prova em sua forma final, dispensando usinagens à verde e apresentando os defeitos e características próprias da injeção como as linhas de soldas e os detalhes do fechamento de matriz. As retrações previstas para a injeção são de 2% para a retração de injeção e 18% para a retração de sinterização. No projeto do molde considerou-se que 1mm de seu comprimento seria retificado após a sinterização. A Figura 5.2.4 ilustra as dimensões da cavidade do molde de injeção.

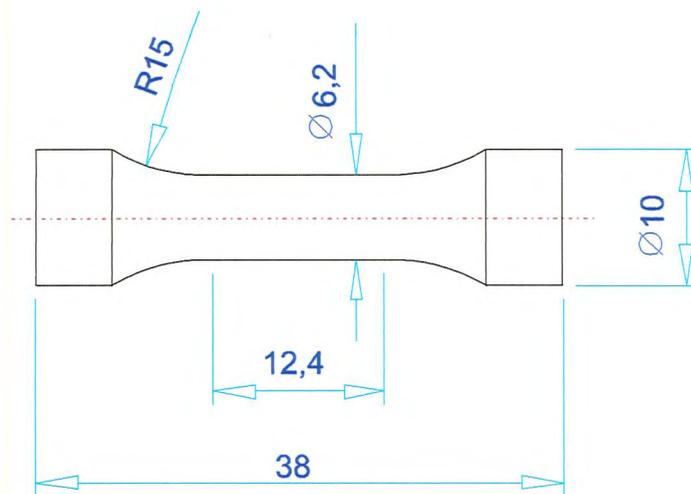


Figura 5.2. 4- Dimensões da cavidade do molde de injeção (dimensões em mm).

Para obtenção dos corpos de prova de injeção projetou-se um molde de duas cavidades. O projeto atende as especificações sugeridas por WREGE (1994) e à partir delas, previu-se as dimensões dos canais de alimentação e a inclusão de detalhes como o poço frio, a garganta de alimentação, a bucha de injeção (incorporada na matriz), os canais de ventilação, os pinos guias e os insertos que contém a cavidade. A localização da garganta de alimentação na perpendicular ao diâmetro e em uma das extremidade do corpo de prova, evita o jato de injeção, promovendo o preenchimento progressivo, uniformidade no fluxo e conseqüentemente a minimização dos defeitos. Neste molde, a região central do corpo de prova, a que será mais solicitada no ensaio de compressão, estará sujeita a poucos defeitos de fabricação exeto os típicos do processo de injeção.

Adotou-se a fabricação do molde com insertos os quais contém a cavidade e são fabricados com compósito de resina éster vinílica com pó de bronze. Sua conformação foi obtida por polimerização no próprio molde tendo um pino “macho” metálico com a forma e dimensões da cavidade (Figura 5.2.4). A Figura 5.2.5 apresenta esquematicamente o molde

empregado e a Figura 5.2.6 ilustra o molde construído, aberto e com as cavidades preenchidas. O corpo de prova injetado é ilustrado na Figura 5.2.7. Nesta figura observam-se as marcas de abertura do molde e o canal de alimentação ainda incorporado na peça, o qual é removido numa etapa de acabamento à verde antes da remoção do VO.

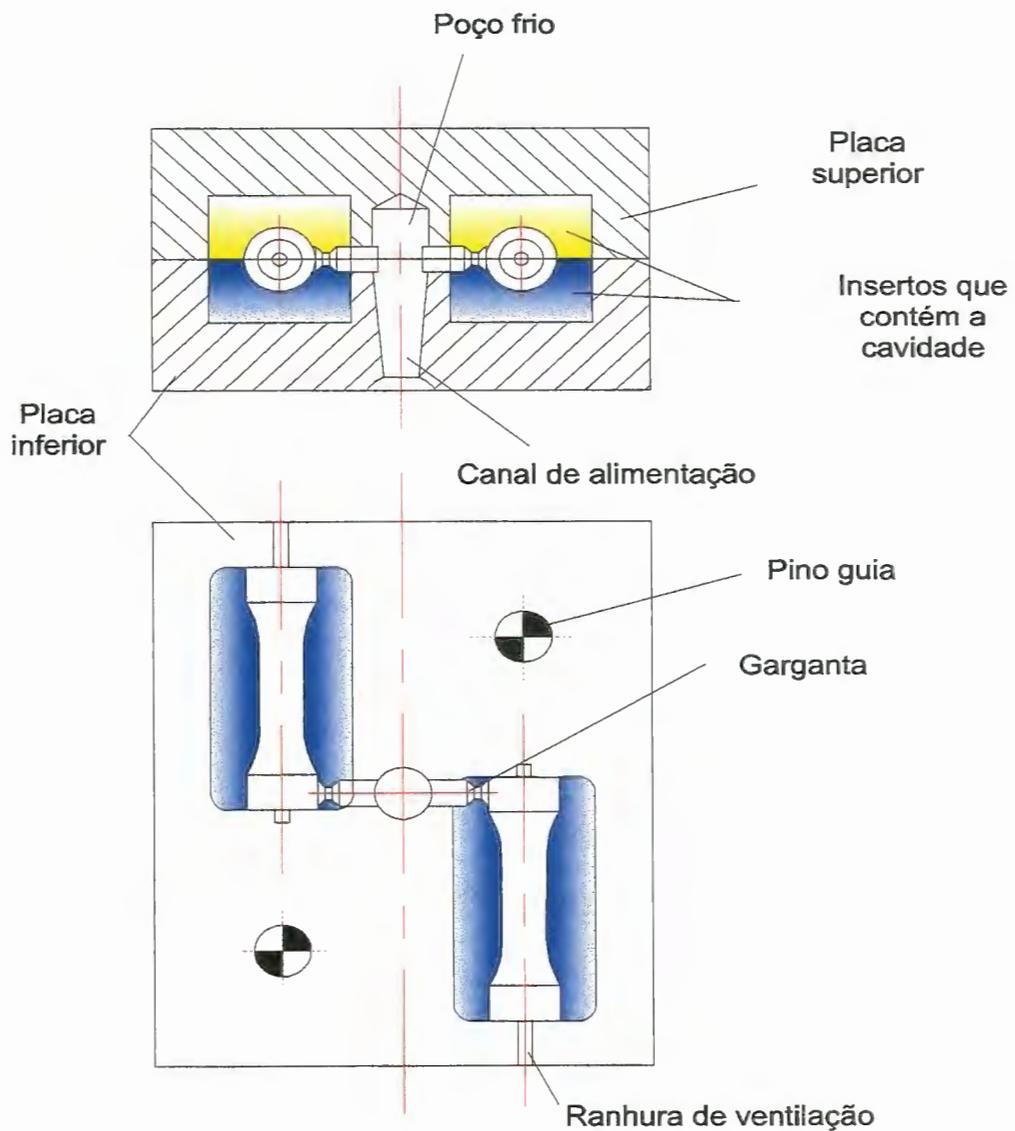


Figura 5.2. 5- Desenho esquemático do molde de injeção.

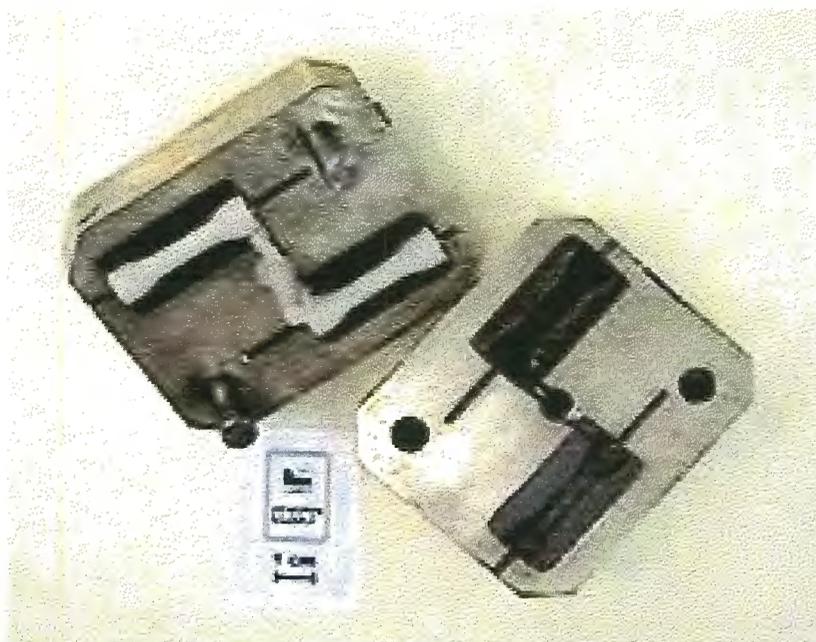


Figura 5.2. 6- Molde de injeção do corpo de prova de compressão, aberto e com a cavidade preenchida.



Figura 5.2. 7- Corpo de prova recém injetado com o canal de alimentação.

5.2.2- O disco

O disco anular para ensaio de desgaste foi produzido à partir de prensagem uniaxial e carregamento com pressão de 80 MPa. O disco foi obtido inicialmente “cheio” e posteriormente foi usinado o furo interno no estado à verde, obtendo-se o disco anular. O disco anular teve uma retração de sinterização prevista em torno de 16%, e retração de prensagem em torno de 60%. A Figura 5.2.8 apresenta os discos cheios e anular prensados e o molde uniaxial empregado na sua fabricação.



Figura 5.2. 8- Discos prensados e o molde empregado na sua obtenção.

5.2.3- O pino

Os pinos utilizados para o ensaio de desgaste também foram obtidos pelos processos de injeção e prensagem isostática. Para o processo de prensagem isostática foi inicialmente produzido um blank (o mesmo utilizado para usinagem da amostra de compressão) para posterior usinagem na forma do pino. Foi considerada a retração inicial de prensagem em 16%. Para o processo de injeção, foi prevista uma retração de

moldagem em torno de 2% e retração de sinterização em torno de 18%. A Figura 5.2.9 apresenta as dimensões da cavidade do molde de injeção, a Figura 5.2.10 o desenho esquemático do molde e a Figura 5.2.11 a ilustração do molde preenchido. Neste molde, igualmente ao executado para os corpos de compressão, atendeu-se as características de projeto observadas por WREGE (1994).

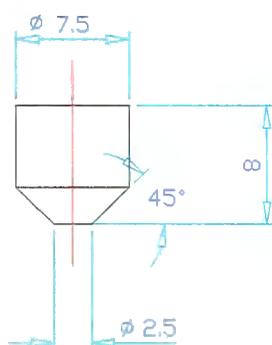


Figura 5.2. 9- Dimensões da cavidade do molde de injeção do pino (dimensões em mm).

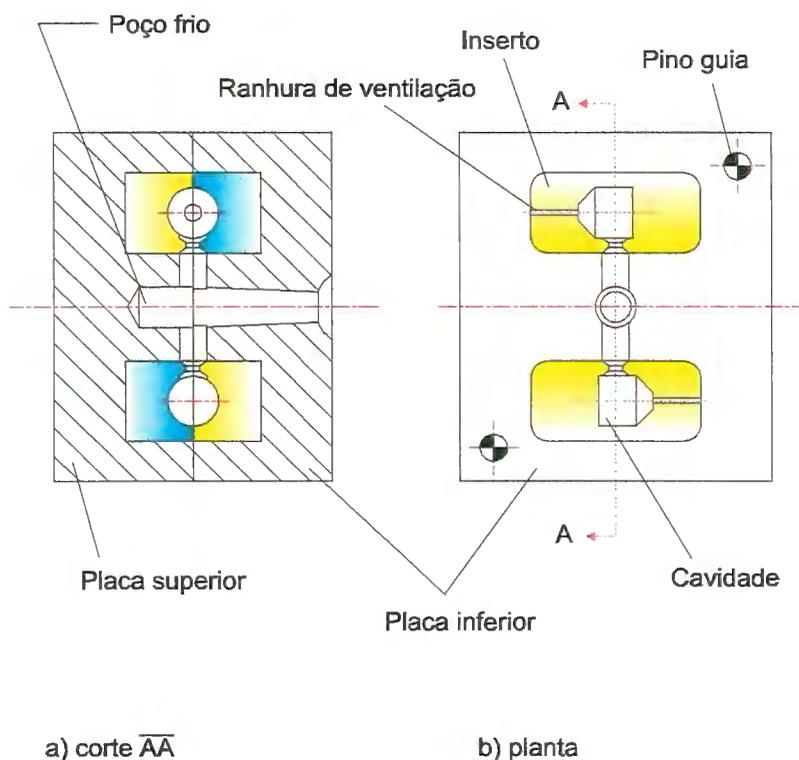


Figura 5.2. 10- Ilustração do molde de injeção do pino, em a) um corte do molde montado e, em b) vista em planta da placa inferior.

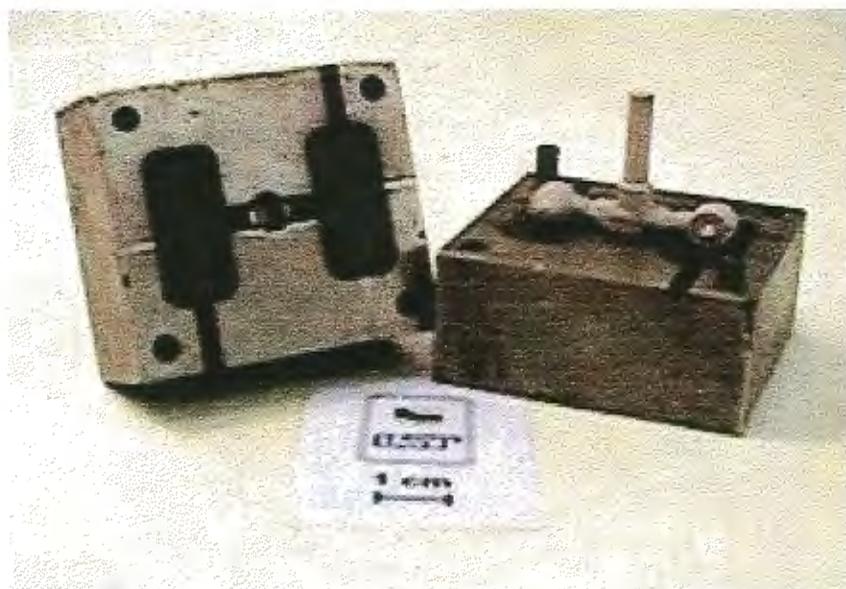


Figura 5.2. 11- Ilustração do molde do pino preenchido.

5.3- Usinagem

O processo de usinagem é utilizado para obter a precisão dimensional e de forma dos corpos cerâmicos. A usinagem de cerâmica pode ser dividida em duas categorias: a usinagem à verde e a usinagem após sinterização [KEVIN, X. L. et al. (1995)]. A usinagem à verde é aplicada aos produtos compactados antes da sinterização ou após uma pré-queima (60 - 70% da temperatura de sinterização). Neste estado, o corpo cerâmico se encontra com as partículas apenas agregadas. Na usinagem após sinterização o método de usinagem que predomina é o da retificação com rebolos diamantados. Este processo é responsável por 80% da usinagem após sinterização e apresenta como principais limitações o alto custo (em torno de 90% do custo total), a baixa rigidez das retificadoras comerciais e a possibilidade da formação de defeitos superficiais e nas subcamadas da superfície que comprometem o desempenho do produto cerâmico diminuindo significativamente sua resistência mecânica e o módulo de Weibull [XU et al. (1994); ALLOR et al. (1996)].

5.3.1- Usinagem à Verde

Nos corpos do prova, após a prensagem, é feita uma usinagem ainda à verde. A usinagem à verde é empregada em produtos conformados para conferir formas simétricas sem grande compromisso com precisão dimensional ou para obter uma pré-forma para usinagem final após a sinterização. Nesta etapa não são necessárias ferramentas extremamente duras. Contudo, a velocidade de usinagem é limitada para a retificação e corte e devido a baixa resistência mecânica que estes componentes apresentam neste estado, geralmente inferiores a 2 MPa [KEVIN, X. L. et al. (1995); REED (1995) p.628]. TANAKA et al. (1994) experimentaram e concluíram que a umidade dos corpos prensados tem forte influência na propriedade mecânica à verde. Em seus experimentos utilizaram-se de compactos de alumina prensados isostaticamente com grânulos contendo 2% de PVAL e preparados em *spray drier*. Encontraram a maior resistência mecânica à verde com 0,35% de umidade.

Para usinagem à verde dos corpos de prova foi empregada a usinagem abrasiva efetuada com rebolos de alumina eletrofundida branca. Adotou-se a usinagem por mergulho tangencial, ou seja, a usinagem obtida à partir de um rebole com o perfil final do produto, com avanço apenas tangencial. Nesta aplicação velocidades periféricas do rebole entre 20 a 47m/s foram aplicadas.

5.3.1.1- Retificadora de corpos de prova

Para esta etapa de processamento foi projetada uma máquina de pequena potência. Para o giro do rebole foi empregada uma retifica manual de 500W que apresenta a possibilidade de ser fixada através de um suporte. Estas retificas geralmente trabalham com "pontas montadas" ou

pequenos rebolos, entretanto, apresentam faixas de rotação bastante elevadas 15.000 - 27.000 rpm e custo bastante reduzido.

Neste equipamento deve-se assegurar que a eventual quebra de rebolo ou da peça em usinagem não venha atingir o operador. Para garantir esta segurança deve-se equipar a região de usinagem com uma proteção que deve ser transparente para que a operação de retificação possa ser visualizada. Uma campânula de polímero acrílico suficientemente espessa pôde garantir total segurança. Um desenho esquemático para esta máquina de usinagem é apresentado na Figura 5.3.1 e a Figura 5.3.2 apresenta a retificadora projetada e construída. Esta máquina de usinagem é composta de uma montagem de componentes disponíveis no mercado e de componentes fabricados sob projeto. Os principais componentes são:

- a) a retifica, responsável pelo giro do rebolo;
- b) mesa de coordenadas de precisão, com curso de 50mm x 100mm e giro de 90°;
- c) mancal para o giro da peça obra, com alta rigidez radial, precisão de giro e baixo nível de ruídos;
- d) motor blindado de baixa rotação (1100 rpm) e potência de 0,16CV (0,12KW);
- e) mesa construída em granito sintético para a fixação e suporte dos componentes da máquina; a opção pelo granito sintético é devida sua característica de elevado amortecimento interno das vibrações, além de incluir a possibilidade da sua conformação com os insertos, dispensando posterior usinagem [PENTEADO (1996)];
- f) aspirador de pó para imediata e contínua coleta dos pós removidos pela usinagem do tarugo prensado;
- g) estrutura para a acomodação e suporte de todos os componentes.

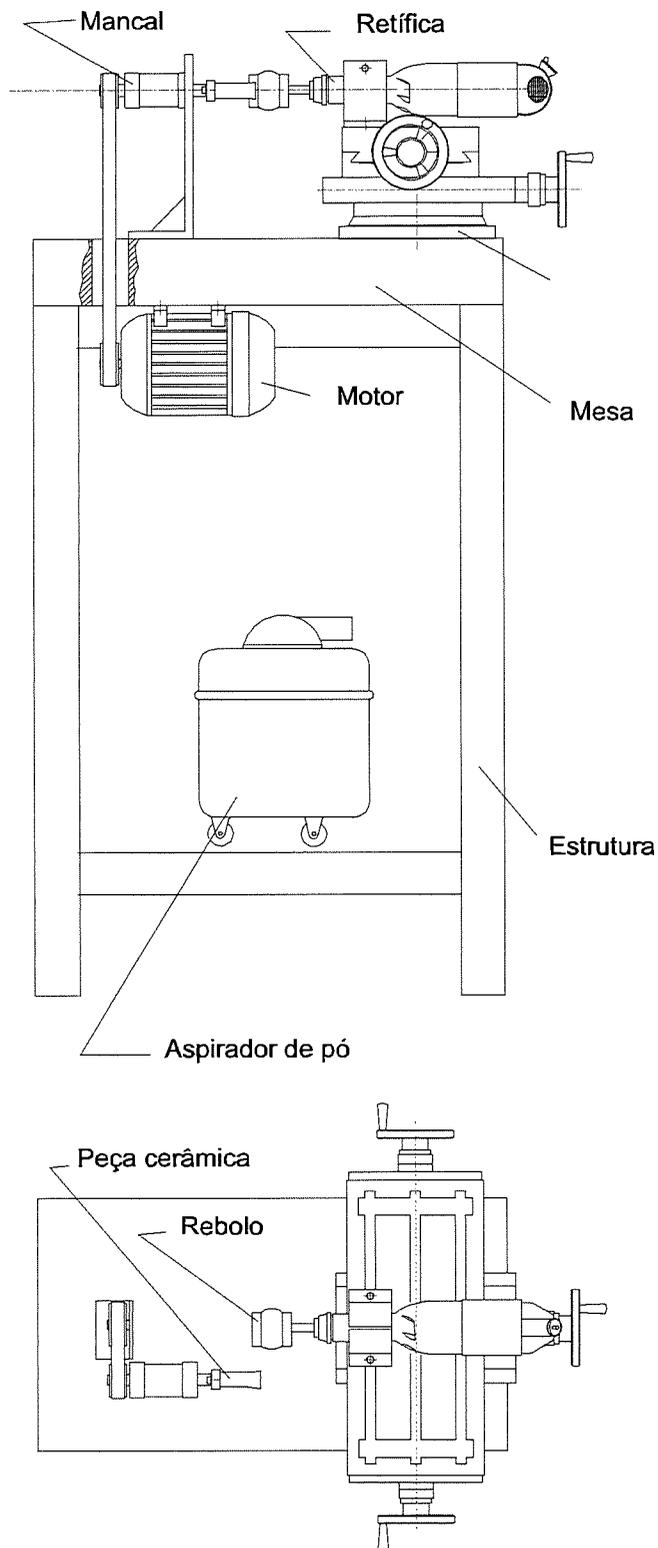


Figura 5.3. 1- Desenho esquemático da retificadora de corpos de prova verdes.

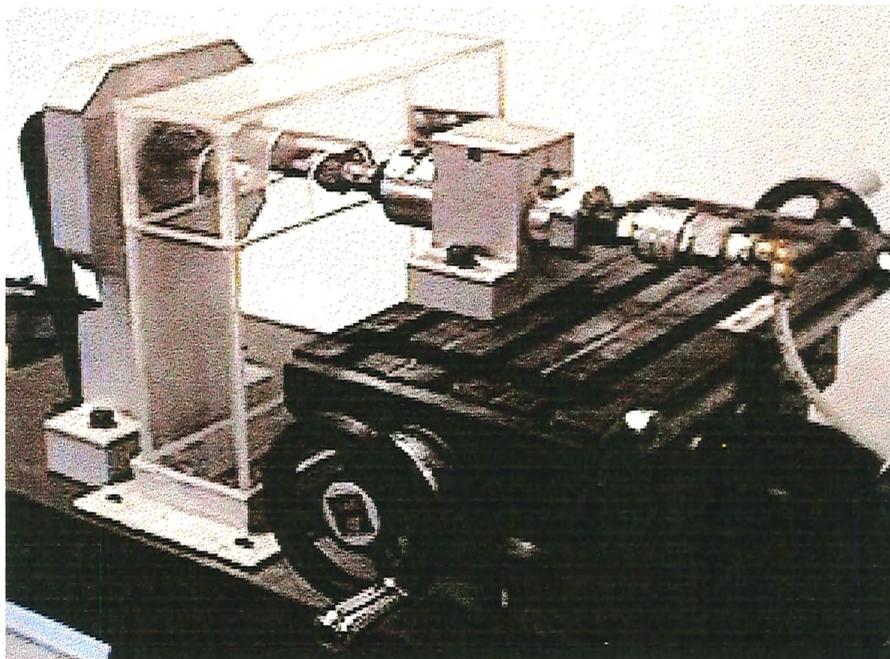


Figura 5.3. 2- Retificadora de corpos de prova construída.

5.3.1.2- Usinagem à verde dos corpos de prova

A realização da usinagem dos corpos de prova de compressão e do pino para o ensaio de desgaste obtidos da prensagem isostática, foram realizados à partir do tarugo prensado. Inicialmente o tarugo é fixado em um suporte que apresenta assento cônico para ajuste da centragem e um furo para inserção do tarugo prensado. A fixação do pino no furo do suporte é feita através uma termocera composta por 25% de parafina, 25% de cera de abelha e 50% de breu. Quando fundida a 110°C a termocera é colocada entre o furo do suporte e o pino, após a solidificação da mistura o tarugo permanece rigidamente fixado. A Figura 5.3.3 apresenta uma ilustração desta montagem.

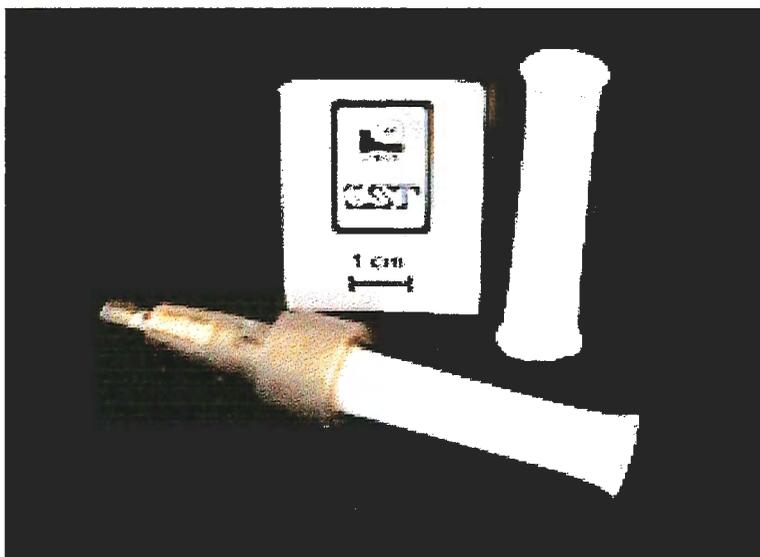


Figura 5.3. 3- Montagem do tarugo obtido por prensagem isostática no suporte de giro.

Em seguida à fixação é realizada a usinagem dos corpos de prova. Inicialmente usinou-se o corpo de prova para o ensaio de compressão, com uma velocidade periférica do rebolo mínima de 18 m/s e máxima de 21 m/s. Ao rebolo utilizado, fabricado com alumina eletrofundida branca com liga vítrea e tamanho do grão abrasivo de #60 mesh, foi dada a contra forma do corpo de prova desejado. A Figura 5.3.4 apresenta uma ilustração desta operação. Após usinado o perfil do corpo de prova, este, foi cortado com disco abrasivo nas duas faces, com velocidade periférica do disco de 31 m/s (Figura 5.3.5). Em seguida foi usinado o pino para ensaio de desgaste com velocidade periférica do rebolo mínima de 5 m/s e máxima de 10 m/s (Figura 5.3.6). Finalmente foi usinada as duas faces com disco abrasivo cortando com velocidade periférica do disco a 31 m/s (Figura 5.3.7).

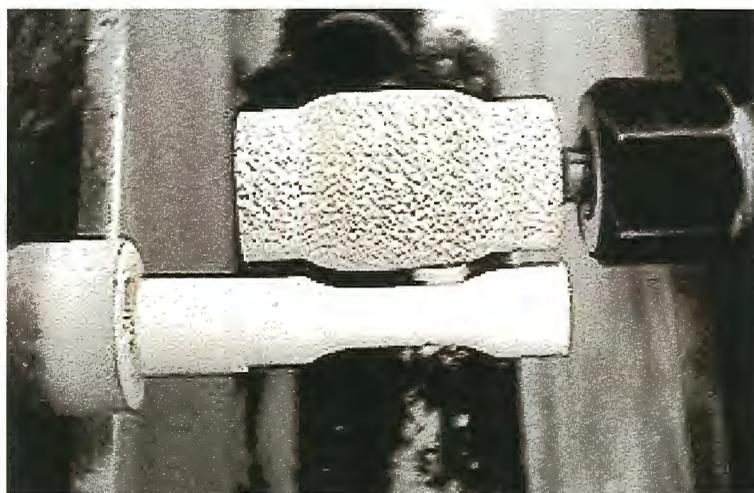


Figura 5.3. 4- Usinagem do corpo de prova para compressão.

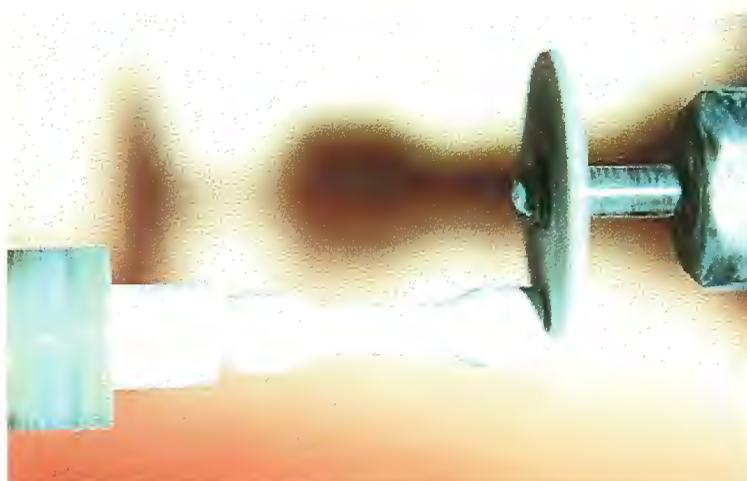


Figura 5.3. 5- Corte das faces do corpo para compressão.



Figura 5.3. 6- Usinagem do pino prensado isostaticamente para o ensaio de desgaste.



Figura 5.3. 7- Corte das faces do pino prensado isostaticamente para o ensaio de desgaste.

Após a usinagem do corpo de prova, em uma das faces, a que esta voltada para o suporte, permanece um pequeno excesso de material, oriundo da quebra prévia antes do corte ser totalizado. Este excesso de material é removido por lixa antes da sinterização. Exemplos de corpos de prova de compressão antes e posterior a queima são apresentados na Figura 5.3.8.



Figura 5.3. 8- Corpos de prova antes e após a sinterização.

5.3.2- Usinagem após sinterização

Os corpos de prova após a sinterização foram finalmente preparados e acabados para atender as exigências das normas vigentes. Cada corpo de prova deve apresentar características próprias de acabamento.

5.3.2.1- Corpo de prova para compressão

Todos os corpos de prova para compressão devem apresentar rugosidade superficial R_a de $0,2\mu\text{m}$, chanfro nas faces de $0,1\text{mm}$ e paralelismo entre as bases de $0,01\text{mm}$. Para atender estas especificações é necessário proceder uma retificação de precisão nas faces das bases, uma retificação para chanfrar suas arestas e um polimento nas superfícies.

A retificação de precisão nas faces das bases exige o emprego de um dispositivo para fixação e posicionamento dos corpos de prova. Para isso, foi desenvolvido um dispositivo em aço ferramenta. Trata-se de um tarugo com a superfície cilíndrica retificada. Neste tarugo é realizado um furo concêntrico com precisão de paralelismo (mínimo de $1\mu\text{m}$). Neste furo é colocado o corpo de prova sinterizado, com folga, onde fica apoiado lateralmente. A folga remanescente entre o corpo de prova e o furo é preenchida com uma mistura fundida de termoceras (25% de parafina, 25% de cera de abelha e 50% de breu), após a solidificação da mistura, os corpos se fixam rigidamente. Este dispositivo é então fixado pela pinça de precisão de uma retificadora cilíndrica para usinagem abrasiva das faces com rebolo diamantado. Em seguida, gira-se o dispositivo, e a outra face do corpo e prova é retificada. A Figura 5.4.1 ilustra esquematicamente este dispositivo de usinagem. A usinagem dos chanfros é feita na mesma

retificadora cilíndrica, com rebolo diamantado. O polimento é obtido através de sucessivos lixamentos (lixas de SiC, mesh #240, #320, #400 e #600).

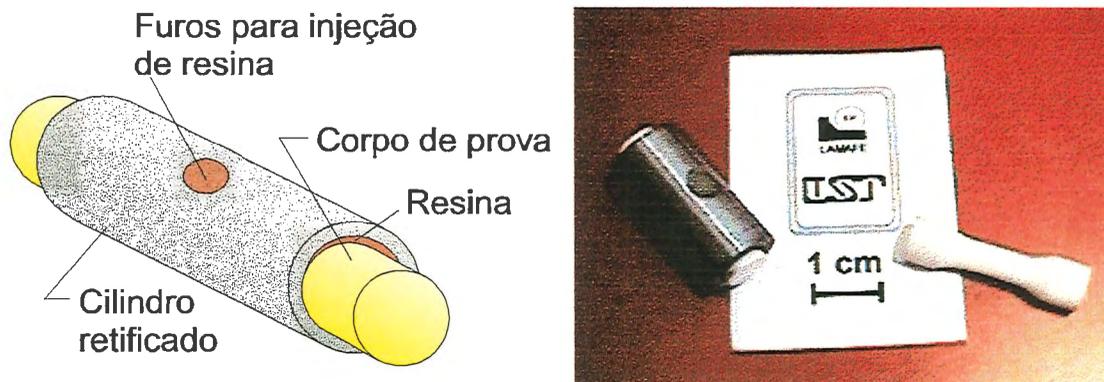


Figura 5.4. 1- Ilustração esquemática do dispositivo de usinagem das faces das bases dos corpos de prova.

6- ENSAIOS EXPERIMENTAIS, RESULTADOS E DISCUSSÕES

6.1- Otimização da Distribuição Granulométrica

A moagem obtida através do moinho vibratório forneceu partículas com excelente diâmetro médio equivalente ($0,5 \mu\text{m}$), entretanto, cerca de 80% de suas partículas apresentaram diâmetros equivalentes na faixa de 1 a $0,2\mu\text{m}$. Produtos feitos com 100% deste pó apresentam alta cinética de sinterização, porém, se o empacotamento das partículas não for satisfatório promove a alta retração de sinterização, que pode comprometer a precisão dimensional dos produtos feitas à partir deste material (Figura 4.1.1).

Através do moinho de bolas obteve-se a alumina com um diâmetro médio equivalente das partículas de $1,5\mu\text{m}$ das quais 80% se distribuem entre 3 e $0,5\mu\text{m}$. É uma distribuição mais larga, porém com menor cinética de sinterização (Figura 4.1.1).

Para este trabalho, foi elaborado um experimento para otimização da distribuição granulométrica. Nele, realizou-se ensaios preliminares de compactação e sinterização de diferentes composições obtidas com a mistura dos pós moídos em ambos os moinhos. Foram feitos testes de fabricação de pastilhas de $\varnothing 15\text{mm}$ e espessura $\sim 4\text{mm}$, obtidas com prensagem uniaxial à pressão de 80 MPa. Através da análise do experimento selecionou-se a distribuição composta pela mistura de 80% dos pós obtidos pelo MV (moinho vibratório) com 20% dos obtidos pelo MB

(moinho de bolas). Com esta distribuição obteve-se uma melhor relação da cinética de sinterização com empacotamento resultando na maior densidade aparente da cerâmica sinterizada com baixa taxa de retração. Outra relação de interesse é composta por 40% MB e 60% MV que apresentou a melhor densificação à verde, mas, com uma inferior densidade aparente após a sinterização, o principal aspecto positivo desta formulação é a baixa retração linear que favorece a precisão de projetos. Os resultados deste experimento é ilustrado pela Figura 6.1.1, onde, são apresentadas a variação da densidade à verde e da densidade após sinterização. A distribuição granulométrica obtida é apresentada pela Figura 6.1.2.

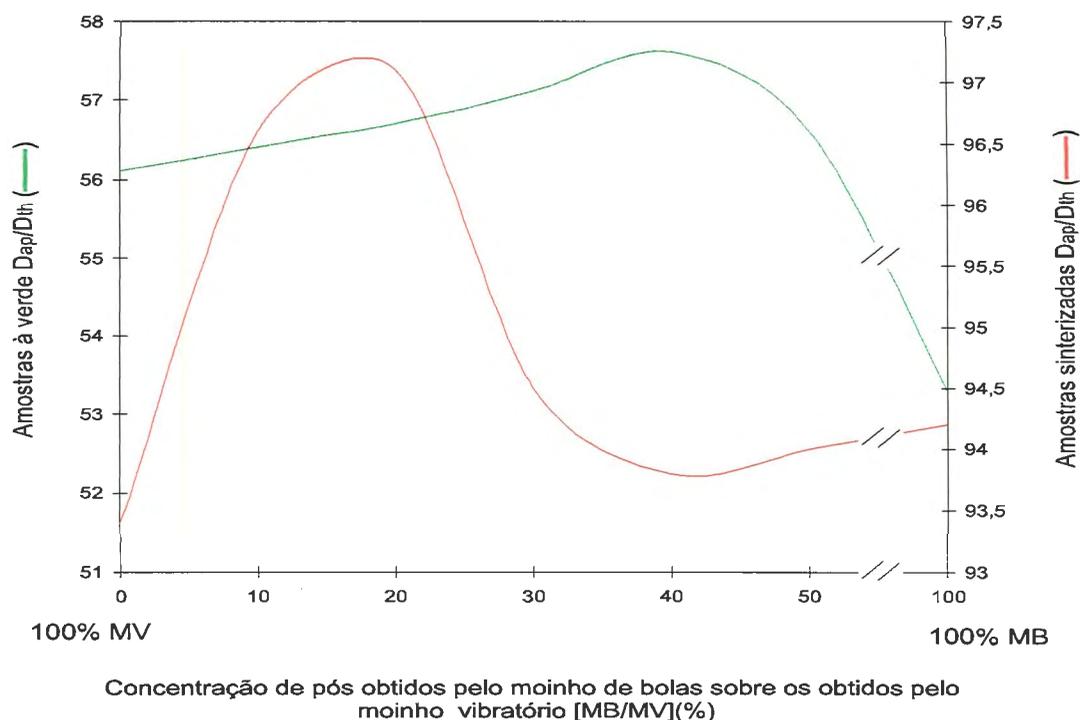


Figura 6.1. 1- Variação da densidade aparente com a concentração de pós MB/MV

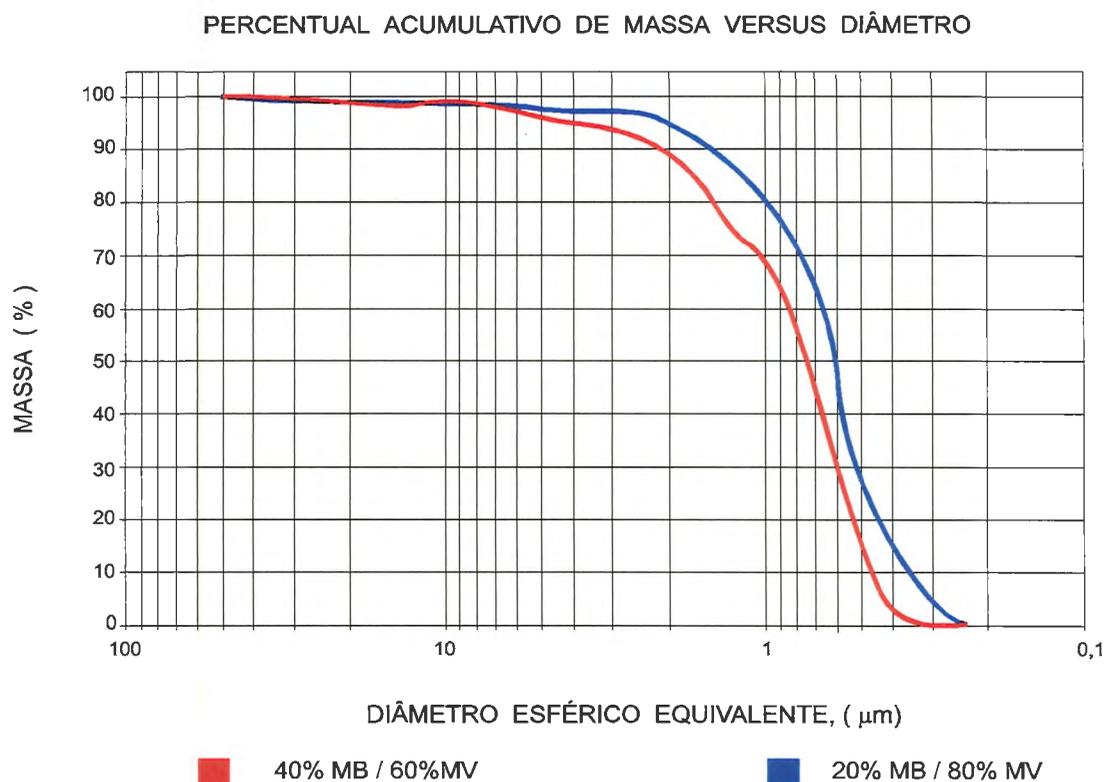


Figura 6.1. 2- Distribuição granulométrica obtida com a mistura da alumina moída (20%MB/80%MV e 40%MB/60%MV)

6.2- Desempenho dos Processos de Conformação e dos Moldes Associados.

Os dois processos de conformação utilizados apresentam algumas características que inibem ou incentivam sua adoção. Algumas destas características são muito apresentadas e discutidas nas contribuições científicas, dentre elas, a forma do produto e o nível de produtividade. Os corpos de prova desenvolvidos neste trabalho, de forma relativamente simples, obtidas pela revolução sobre um eixo, foram avaliados. Suas características foram observadas e seus valores medidos servindo de parâmetros para comparação, entretanto, estas características podem ser otimizadas individualmente e ter seu desempenho modificado.

6.2.1- Desempenho do processamento da prensagem isostática

O processo de prensagem isostática tipo *wet bag* é relativamente simples, de fácil aprendizado, seguro e requer pouca habilidade do operador. As peças assim conformadas à verde apresentam resistência mecânica suficiente para manuseio. A obtenção dos corpos de prova obtidos pela prensagem isostática constou das etapas de prensagem, de usinagem à verde, de sinterização e da usinagem abrasiva das faces das bases. Analisando-se a obtenção de um lote de 10 peças observou-se os tempos gastos que são apresentados na Tabela 6.2.1.

Tabela 6.2.1- Tempo gasto na fabricação de um lote de 10 corpos de prova prensados isostaticamente.

Étapas	Tempo (horas)
Prensagem do <i>blank</i> (carregamento do molde, prensagem, descarga)	1
Usinagem (secagem, montagem no suporte, usinagem e acabamento)	15
Sinterização	24
Usinagem	2,5
Total geral	42,5
Total horas homem/peça	15

Observa-se que foi gasto um tempo total de 4,25 horas por corpo de prova processado, exigindo 1,5 hora para cada corpo de prova em trabalho/homem. Estes números, para grandes lotes podem ser reduzidos significativamente com a otimização do processo, mas, se a forma do produto for complexa os números podem ser ainda elevados consideravelmente.

6.2.2- Desempenho do processamento da injeção cerâmica

O processo de injeção é relativamente mais complicado e mais dependente de variáveis externas do que o de prensagem isostática. A injetora de baixa pressão trata-se de um vaso de mistura, composto por um sistema de batedores tipo raquete, um canal de alimentação e um bico injetor, todos estes sistemas equipados com controle de temperatura FORTULAN (1993b). É uma máquina relativamente simples e flexível à diversos moldes. O molde deve ter sua temperatura controlada, inicialmente aquecido para a injeção e posteriormente refrigerado para a desmoldagem. O melhor desempenho da injeção cerâmica foi obtido com o uso contínuo, após atingida a estabilização do sistema.

O tempo gasto para a fabricação de 10 corpos de prova foram medidos e apresentados na Tabela 6.2.2. Observa-se que este processo de conformação é muito menos dependente da atuação direta do homem. Entretanto, exigiu uma maior disponibilidade de equipamentos, principalmente, na etapa de remoção de VO. Esta etapa deve ser otimizada e seu tempo pode ser reduzido em até duas ordens de grandeza. Estas características favorecem a produtividade e alta produção, necessitam de moldes mais complexos e de maior custo que são facilmente absorvidos com a alta produção. As etapas envolvidas e suas principais características são discutidas a seguir.

Tabela 6.2.2- Tempo gasto na fabricação de um lote de 10 corpos de prova obtidos pelo processo de injeção.

Étapas	Tempo (horas)
Mistura e aquecimento	2
Injeção e acabamento	0.5
Remoção do VO	168
Sinterização	24
Total geral	194,5
Total horas homem/peça	3

a) Mistura e aquecimento da MCI

O emprego do pó cerâmico, relativamente fino (diâmetro médio equivalente de $0,6\ \mu\text{m}$ e desaglomerado em malha #200 mesh), apresentou durante a mistura e aquecimento a formação de pequenos e rígidos aglomerados, de dimensões próximas a $1,5\text{mm}$ de diâmetro. Estes aglomerados ficaram dispersos na MCI e foram responsáveis por aproximadamente 25% do volume. A Figura 6.2.1 ilustra uma porção da MCI solidificada onde observa-se, em alto relevo, tais aglomerados. O emprego do sistema de batedores planetários do tipo raquete como misturador não apresentou a eficiência necessária para romper a força de adesão destes pequenos aglomerados. Estes, após a remoção do VO, se apresentaram discretos na matriz cerâmica, fazendo com que os corpos conformados se “esfarelassem”.

A formação destes aglomerados não foi observada nos experimentos realizados por FORTULAN (1993b) e por WREGGE (1994b). Nestes experimentos foi empregada uma formulação a base de 90% de alumina. Para obtê-la, a alumina foi moída a um tamanho médio equivalente de $1,5\ \mu\text{m}$. A diferença entre os diâmetros médios equivalentes de $1,5\ \mu\text{m}$ para $0,6\ \mu\text{m}$ (presente experimento) foi a modificação mais relevante e a responsável pela formação destes. O menor tamanho das partículas necessário para o processamento de cerâmicas de alta alumina aumentou na formulação de pós a energia superficial das partículas, a força de Van der Waals e a força de atração capilar, ocasionando na formação dos aglomerados.



Figura 6.2. 1- Ilustração de uma porção da MCI solidificada destacando os aglomerados formados durante a etapa de mistura e aquecimento.

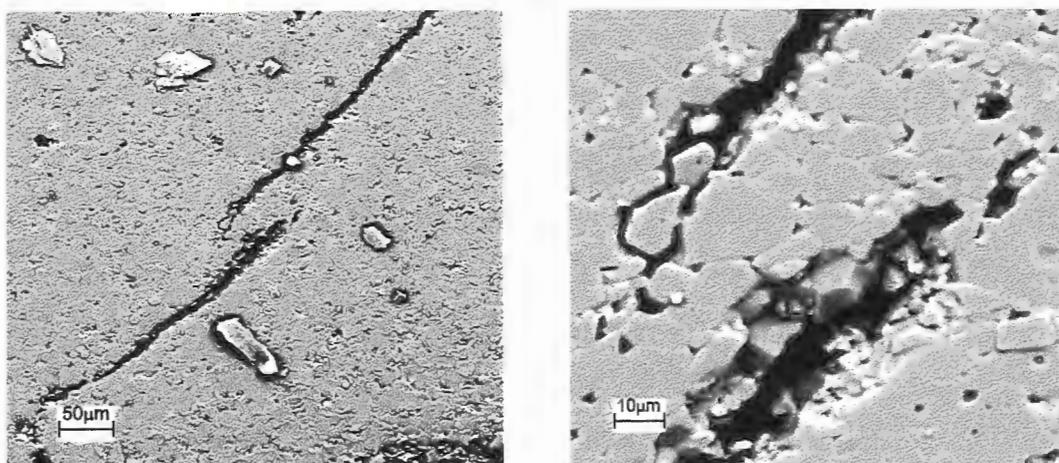
b) Conformação

Na conformação dos corpos de prova, as temperaturas de estabilização do sistema foram de 140°C para o vaso de mistura, de 170°C para o canal de alimentação, de 180°C para o bico de injeção, de 60°C para o molde na etapa de injeção e de 25°C para o molde na etapa de resfriamento. Nesta etapa, o molde projetado apresentou excelente desempenho. Neste estado, a verde, o corpo de prova recebeu os primeiros acabamentos superficiais de remoção dos canais de alimentação e rebarbas decorrentes da partição do molde e canais de ventilação.

c) Remoção do VO

A remoção do VO pelo processo de difusão seguida de degradação térmica apresentou as maiores dificuldades e os maiores danos aos corpos processados. O maior dano adveio do pequeno tamanho das partículas cerâmicas que não permitiu que houvesse difusão suficiente à baixa pressão dos componentes do VO no estado líquido. Observou-se com o início da remoção do VO, a impermeabilização de uma camada externa da superfície do corpo de prova com espessura aproximada de 0,8mm. Nesta camada externa, devido as forças de atração superficial e capilar após a difusão inicial de alguns componentes fundidos, houve uma acentuada aproximação das partículas seguida de retração da camada externa comprimindo a camada interna e impermeabilizando a saída dos componentes remanescentes no interior do corpo.

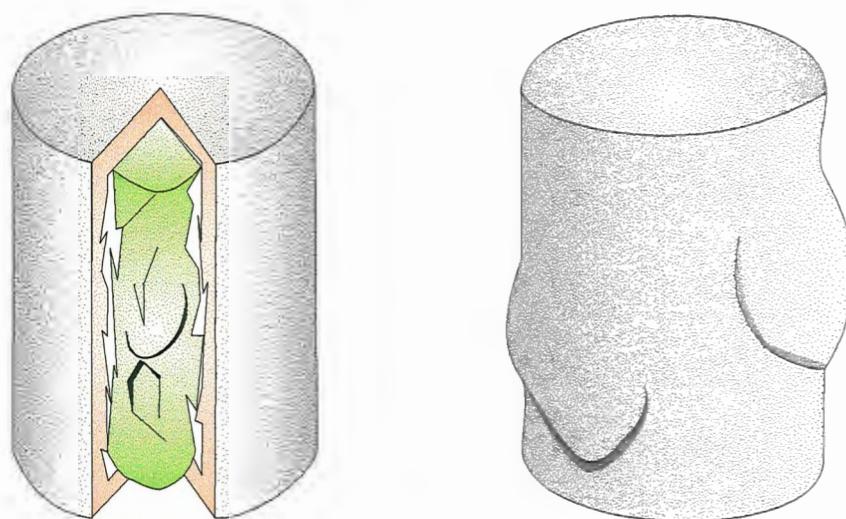
A consequência deste efeito resultou na formação de dois defeitos macroscópicos. O primeiro, pelo rompimento da camada externa quando submetida a tração imposta pelo núcleo do corpo de prova, este efeito é ilustrado pela Figuras 6.2.2 e Figura 6.2.3a; o segundo, pelo rompimento e deformação da camada externa pela ação das tensões causadas pela evolução de vapores da evaporação de alguns componentes conforme ilustra a Figura 6.2.3b. No primeiro caso, observam-se trincas com forma de rachaduras na superfície da amostra, no segundo, observam-se trincas com forma de lábios, bolhas e bolhas rompidas.



a)

b)

Figura 6.2. 2- Defeitos de ruptura da camada externa do corpo de prova, em a) magnificação de 200 vezes e, em b) detalhe com magnificação de 1000 vezes.



a)

b)

Figura 6.2. 3- Ilustração dos principais defeitos ocorridos durante a remoção do VO, em a) os decorrentes da retração da camada externa e em b) os devido a evolução de vapores no interior do corpo.

Na extração do VO empregou-se inicialmente a curva de aquecimento proposto por FORTULAN (1993b) baseada em 90 horas de tratamento térmico, em seguida, dilatou-se o tempo de extração do VO para 168 horas. Mesmo com a menor taxa de aquecimento, observou-se os efeitos de rompimento de uma camada externa em vários dos corpos de prova, principalmente na região das bases, que apresentavam a maior espessura. Observou-se que o efeito de impermeabilização é independente da taxa de remoção e que para a injeção do pó desenvolvido no sistema de baixa pressão é necessário a otimização da formulação do VO, como por exemplo a adoção de um componente que seja solúvel em solvente. Neste caso a remoção do VO seria obtida inicialmente pelo processo de *solvente* em seguida pelo processo *térmico*.

Outra solução mais promissora seria a adoção do sistema de alta pressão (70-200MPa). Nesta sistema é possível diminuir a concentração volumétrica de VO na MCI para uma faixa de 30% a 45% e, ainda, permite trabalhar com uma maior gama de polímeros na formulação do VO. SPUR et al. (1995) experimentaram a injeção de alumina e tiveram os melhores resultados com o VO formulado a base de poliestireno e ácido esteárico (*surfactant*). Entretanto, com o emprego do sistema de alta pressão, algumas desvantagens são previstas onde as principais são relativas a maior concentração residual de tensões no injetado, ao maior custo do sistema e a menor flexibilidade para diversos moldes.

d) Sinterização

A etapa de sinterização apresentou características comuns para os corpos de prova prensados, os quais foram sinterizados com as mesmas condições de queima não apresentando comportamento distinto.

6.3- Caracterização das Microestruturas

As análises das microestruturas foram feitas em várias etapas, nas quais foram observadas as características referentes a matéria prima, as características relacionadas com o processamento e a predição do desempenho do produto.

Todas as amostras preparadas para a caracterização de microestrutura foram desgastadas com lixas de carbeto de silício (mesh #240, #320, #400, #600 respectivamente) em meio aquoso por 5 minutos. Em seguida, as superfícies foram polidas com pastas diamantadas ($6\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ e $1/4\mu\text{m}$ respectivamente) e vibradas por 30 minutos em ultrassom com meio aquoso para a remoção dos grãos de diamante e de carbeto de silício encravados nos poros e nos defeitos localizados nos contornos de grãos. As superfícies polidas foram atacadas termicamente ao ar em 1500°C por 15 minutos para revelação dos contornos de grãos e em seguida recobertas com fina camada de ouro para aterramento elétrico (Figura 6.3.1). Após a preparação das amostras estas foram analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

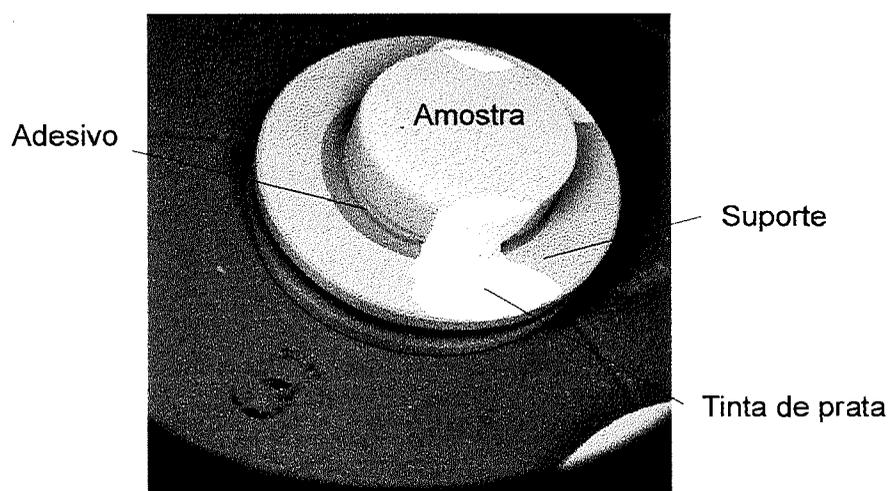


Figura 6.3. 1- Preparação das amostras para caracterização da microestrutura (MEV).

6.3.1- Análise da matéria prima

A análise da microestrutura das matérias primas foi proposta para investigação prévia do nível de confiabilidade que as formulações estabeleceriam. Utilizando-se da mistura 60MV e 40MB, foram prensadas amostras isostaticamente com pressão de 90MPa, usinadas à verde e sinterizadas ao ar em temperatura de 1600°C com patamar de 2 horas.

6.3.1.1- Análise da microestrutura da alumina 96%

A análise desta alumina revela a baixa uniformidade nas dimensões e na morfologia dos grãos. Foi observado que uma fração dos grãos apresentaram um crescimento preferencial em determinadas direções. Apresentou nestas condições de processamento, densidade aparente média (\bar{D}_{ap}) de 3,73 g/cm³ ou 95,1% da densidade teórica (\bar{D}_{th} , 3,92 g/cm³ obtida teoricamente pela contribuição parcial de cada componente da formulação). O tamanho médio dos grão, em torno de 10µm, foi obtido com tamanhos compreendidos numa faixa de tamanho entre 80µm e 1µm (Figura 6.3.2 e Figura 6.3.3). KOVAR et al. (1996) observaram em seus experimentos que corpos de alumina com larga distribuição nos tamanhos de grãos exibem uma maior variabilidade da resistência do que os corpos com distribuição estreita. Esta discrepância observada na Alumina 96% manifesta-se prejudicialmente com respeito as propriedades mecânicas e pode apresentar defeitos tão críticos quanto aos relativos ao processamento, dissimulando a análise. Outro aspecto negativo foi relativo a medida da dureza Vickers, 3,8Hv(98N) (GPa), ou 380Hv em kg/mm², valor relativamente baixo para cerâmicas à base de alta alumina, onde, espera-se valores acima de 11Hv GPa. As indentações foram obtidas através de macrodureza Vickers e são representadas pela Figura 6.3.4.

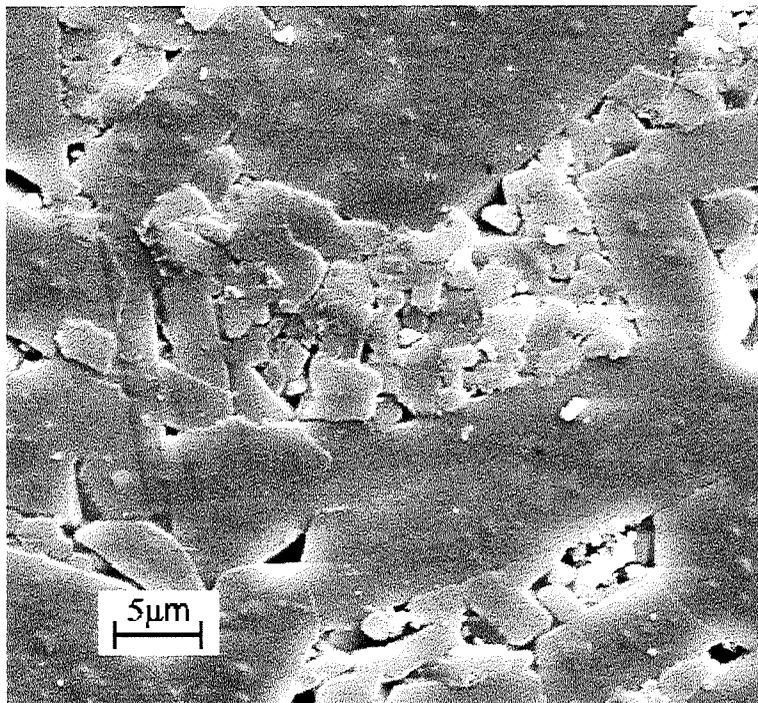


Figura 6.3. 2- Microestrutura da Alumina 96% com magnificação de 2000 vezes.

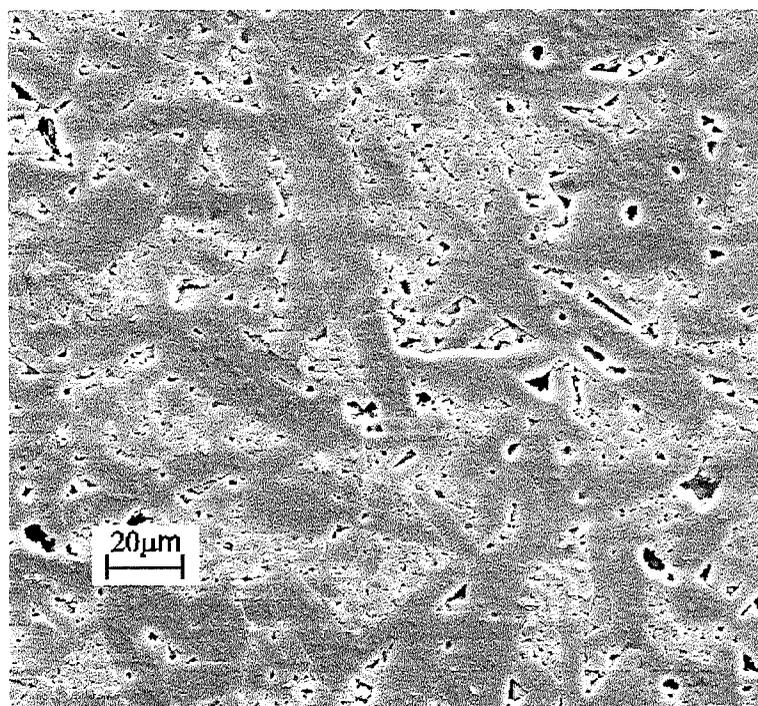


Figura 6.3. 3 -Microestrutura da Alumina 96% com magnificação de 500 vezes.

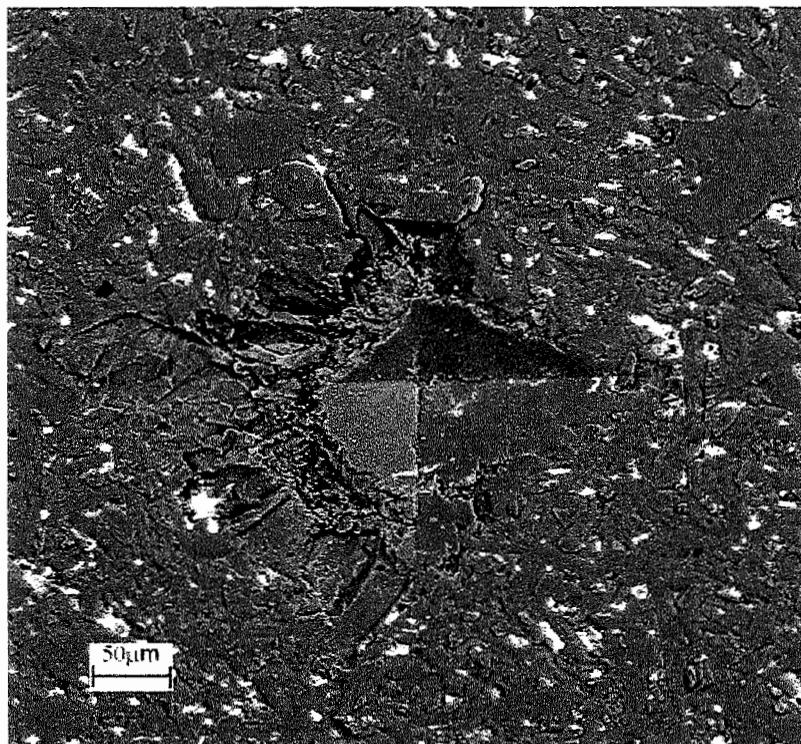


Figura 6.3. 4- Ilustração da impressão Vickers efetuada na Alumina 96%, P,98N.

6.3.1.2- Análise da microestrutura da alumina 99,5%

Esta alumina apresentou uma boa uniformidade do tamanho e forma dos grãos. O tamanho médio destes, em torno de 5 μm é promissor. A tendência dos ângulos diedros se estabelecerem em 120° é observada em algumas regiões e demonstra a estabilização do crescimento dos grãos, validando o emprego do MgO na formulação. Observou-se que em algumas regiões houve a presença de bolsões porosos com partículas praticamente soltas, os quais estão relacionados com a baixa pressão empregada e a segregação de PVAL ocorrida devido a secagem da água em bandeja para processo de granulação manual que foi utilizado nesta etapa do experimento. A alumina 99,5% apresentou nestas condições de

processamento uma densidade aparente média (\bar{D}_{ap}) de 3,85g/cm³ ou 96,8% da densidade teórica (\bar{D}_{th} , 3,98g/cm³). A Figura 6.3.5 e a Figura 6.3.6 apresentam as duas regiões analisadas com magnificação de 2000 vezes e 500 vezes. A medida da dureza Vickers apresentou valor médio de 11,4Hv(98N) GPa. Este valor de dureza, utilizando-se de macro dureza Vickers, acima de 11Hv GPa, é encontrada em muitas aplicações comerciais, satisfaz as expectativas em aplicações de cerâmicas avançadas estruturais. A ilustração da penetração do indentedor é representada pela Figura 6.3.7.

Estas observações preliminares asseguram o emprego da Alumina 99.5% na como padrão para a verificação da hipótese que analisa a influência dos métodos de conformação no desempenho dos corpos de prova e, em detrimento, desaconselha a Alumina 96%.

Observa-se nas Figuras 6.3.6 e Figura 6.3.7 algumas partículas luminosas sobre as superfícies examinadas. Examinou-se tais partículas verificou-se que ocorreram por deficiência da preparação da superfície. Nas figuras que apresentam a microestrutura das amostra prensadas isostaticamente encontrou-se partículas de diamante provenientes do polimento, as quais, ficaram ainda encrostadas devido a ineficiência do processo de remoção pelo uso da vibração no ultrassom, neste experimento foi aplicado apenas 10 minutos. Já os acúmulos luminosos observados nas amostras em que foram feitas as impressões Vickers encontrou-se depósitos de ouro, os quais, são provenientes da remoção da camada de ouro (pela passagem de pano de polimento) anteriormente aplicada para análise da microestrutura.

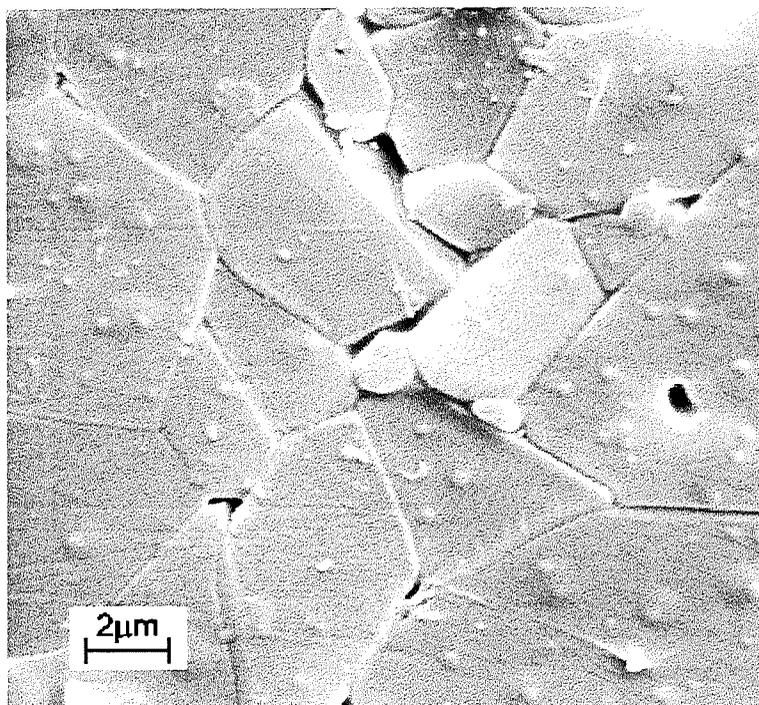


Figura 6.3. 5- Microestrutura da Alumina 99,5% com magnificação de 2000 vezes.

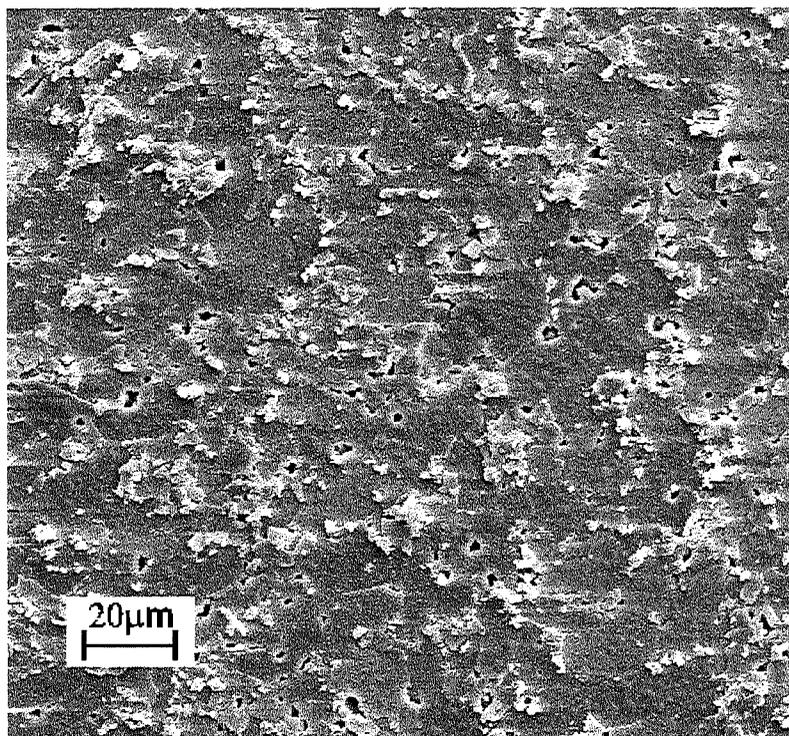


Figura 6.3. 6- Microestrutura da Alumina 99,5% com magnificação de 500vezes.

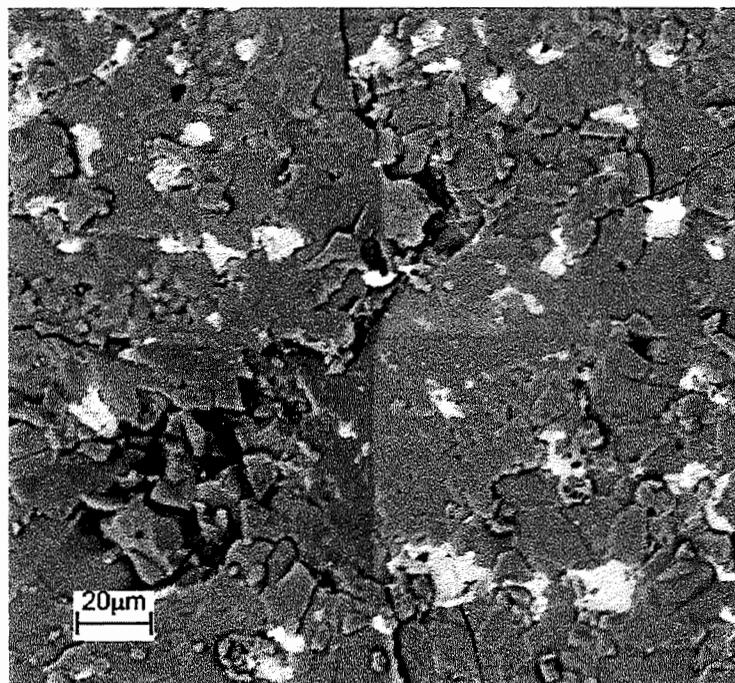


Figura 6.3. 7- Representação da impressão Vickers efetuada na Alumina 99,5%, P, 98N.

6.3.2- Avaliação do processo de conformação através da microestrutura

Neste segmento da análise verificou-se a influência do método de conformação na microestrutura de corpos de prova produzidos com a Alumina 99,5%. Analisou-se a prensagem isostática com pressões de 200MPa, 150MPa e 100MPa e, a injeção a 0,7 MPa.

6.3.2.1- Microestrutura obtida pela prensagem isostática

A partir de corpos de prova cilíndricos, obtidos com a mistura selecionada 80% MV e 20% MB e prensados isostaticamente, foram caracterizadas as microestruturas destes materiais. Na prensagem isostática variou-se a pressão em 100MPa, 150MPa e 200MPa. As pressões

de 100MPa e 150MPa são frequentemente aplicadas em produções comerciais de cerâmicas estruturais; pressões de 200MPa e superiores são aplicadas em situações especiais e geralmente de baixa demanda, porém, apresentam as condições ideais para a caracterização da matéria prima. As condições de sinterização empregadas foram obtidas em forno elétrico com temperatura de 1650°C ao ar com patamar de 2h. As variações das densidades aparentes e das retrações de sinterização são apresentadas nas Figura 6.3.8 e Figura 6.3.9, respectivamente.

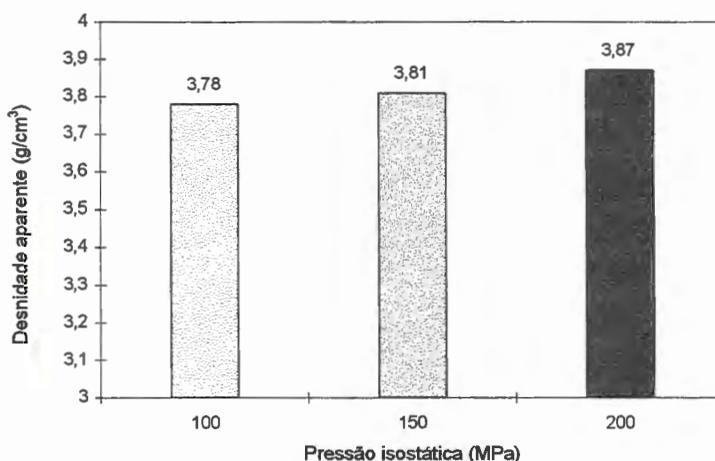


Figura 6.3. 8- Variação da densidade aparente com a pressão de prensagem isostática.

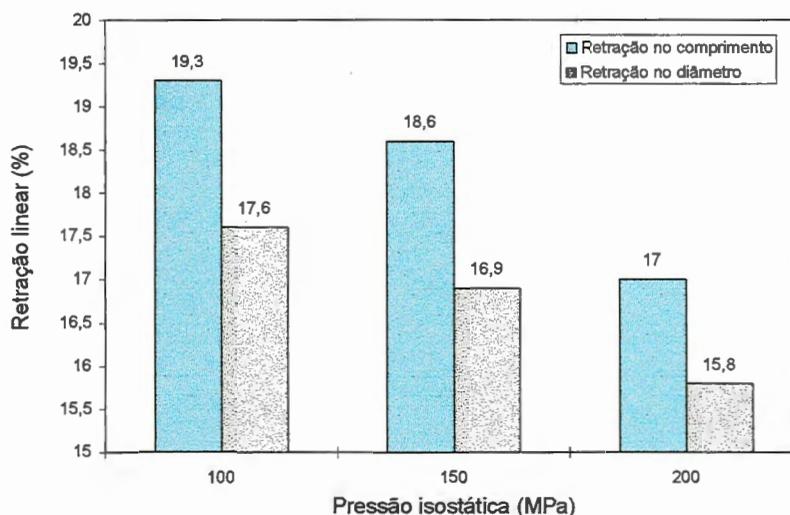


Figura 6.3. 9- Variação das retrações de sinterização com a pressão isostática.

Na observação das Figuras 6.3.8 e Figura 6.3.9 verifica-se que há uma grande aumento da densificação e grande redução da retração linear dos corpos cerâmicos com o aumento da pressão. A maior densificação permite obter um corpo com menor porosidade e diminui a formação de bolsões porosos. A menor retração permite projetar um componente com maior acuracidade dimensional e com menor susceptibilidade a deformações, sejam elas relativas ao gradiente térmico da câmara de sinterização ou com o atrito do componente com a base do forno.

Observa-se através da Figura 6.3.9 que há uma diferença entre a retração linear do comprimento com relação a do diâmetro. Esta diferença está relacionada com o projeto do molde para prensagem isostática, onde, a base e a tampa geralmente metálicas são ainda suportada por uma estrutura rígida que inibem o efeito de prensagem isostática direta no sentido do comprimento, promovendo uma compressão indireta que é devida a ação de reação do escoamento do pó comprimido diametralmente com a superfície da tampa e base. O empacotamento diametral é mais eficiente e conseqüentemente requer menor retração para a densificação por sinterização.

a) Al 99,5% prensada isostaticamente à 200 MPa

As Figuras 6.3.10 e Figura 6.3.11 apresentam a microestrutura da Alumina 99.5% prensada a 200MPa, respectivamente com magnificações de 5.000 e 1.000 vezes. Nesta amostra observam-se poucos poros, geralmente esféricos localizados no interior dos grãos e outros devidos a defeitos decorrentes da ineficiência da compactação/empacotamento. Com o aumento da temperatura, em relação aos ensaios preliminares, houve um aumento na variação da taxa de crescimento dos grãos onde alguns atingiram 30 μ m, enquanto, outros não ultrapassaram 2 μ m, com uma média

de 9 μ m. As características da microestrutura são típicas de uma alumina comercial, entretanto, poderiam ser melhoradas com uma melhor otimização da distribuição granulométrica. A média das densidades aparentes apresentou um valor de $\bar{D}_{ap} = 3,87 \text{ g/cm}^3$. Este valor está próximo ao apresentado pelo catálogo da *COORS CERAMICS*, $D_{ap} = 3,89 \text{ g/cm}^3$, para produtos feitos com alumina AD-995, que corresponde a 99,5% de Al_2O_3 . Características excepcionais de microestruturas são apresentadas por vários pesquisadores [(KOVAR et al. (1996); BAE et al. (1994); HANDWERKER et al. (1989)], nas quais foram utilizadas aluminas de ultra alta pureza, dopadas, e sinterizadas em situações extremas (1900°C-1h; 1700°C-25h; 1650° - 48h/1650°-8h). Esta análise confirma a aprovação da Alumina 99,5%, mas, indica a possibilidade de ser melhorada com a otimização do processamento, como exemplo com o refinamento da otimização da distribuição granulométrica em torno da concentração adotada (20%MB/80%MV).

Medidas de macro dureza Vickers apresentaram valores médio de 22Hv(98N) GPa, e são representadas pela Figura 6.3.12. A dureza obtida nestas amostras é muito satisfatória e se aproxima do nível superior de dureza esperada para estas aluminas, onde se estima valores próximos a 23Hv GPa.

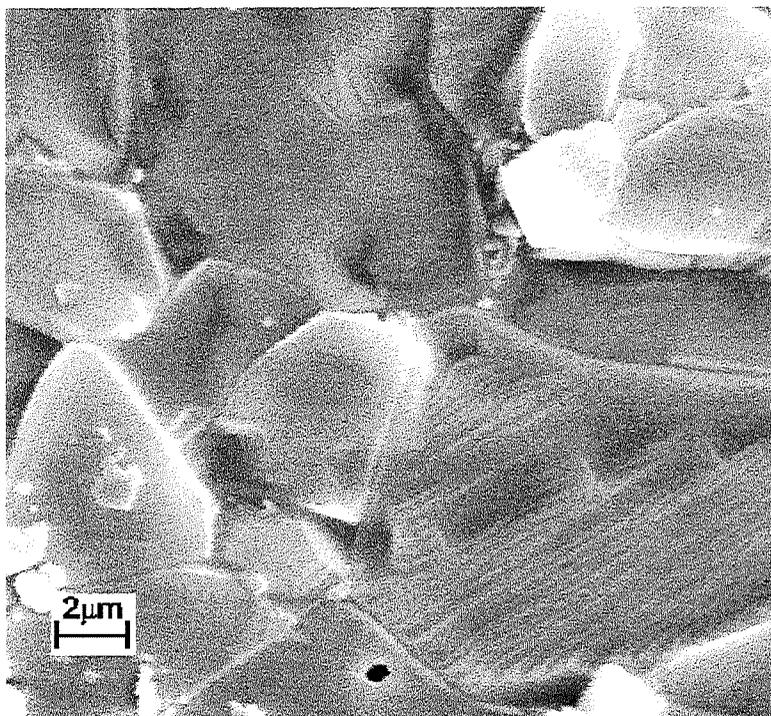


Figura 6.3. 10- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 200MPa com magnificação de 5.000 vezes.

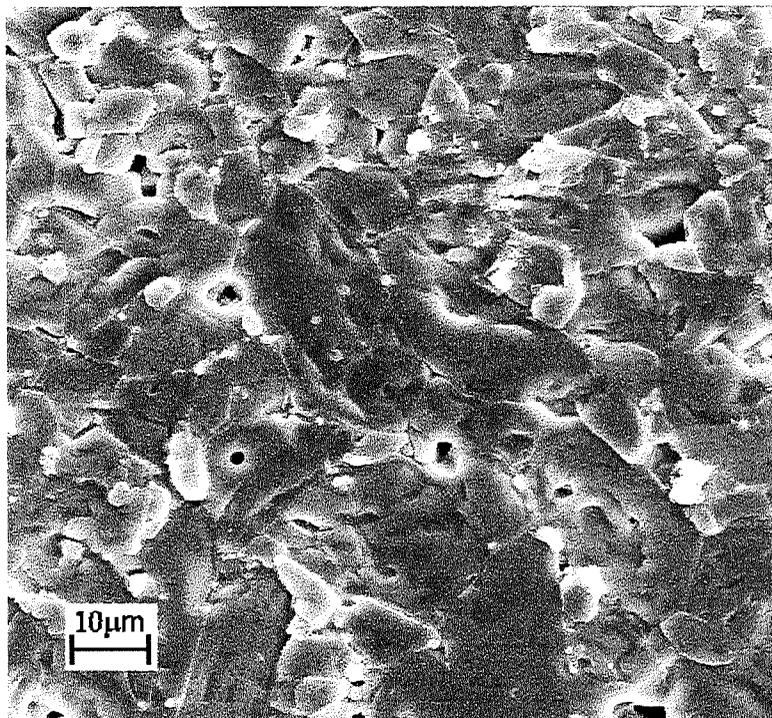


Figura 6.3. 11- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 200MPa com magnificação de 1.000 vezes.

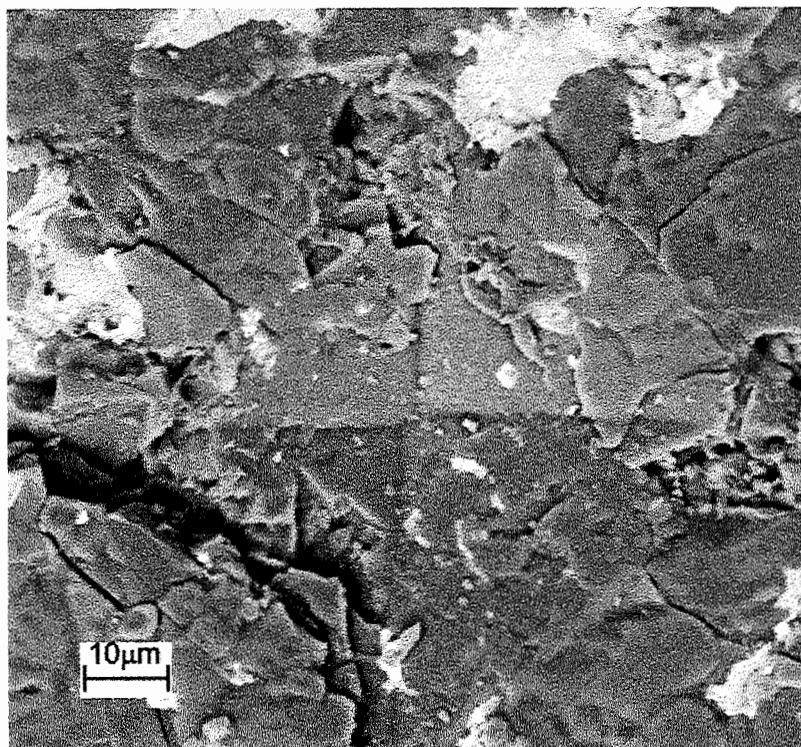


Figura 6.3. 12- Representação da impressão Vickers efetuada na Alumina 99,5-200MPa, P, 98N.

b) Al 99,5% prensada isostaticamente à 150 MPa

As Figuras 6.3.13 e Figura 6.3.14 apresentam a microestrutura da Alumina 99.5% prensada a 150MPa com magnificações de 5.000 e 1.000 vezes respectivamente. Nesta amostra observa-se uma quantidade maior de poros esféricos localizados no interior dos grãos, poros localizados nos pontos triplos dos contornos de grãos e também os devidos a defeitos decorrentes de falta de compactação. A média das densidades aparentes $\bar{D}_{ap} = 3,81 \text{ g/cm}^3$ mostra um perda significativa da densidade em relação a obtida com 200MPa. Nota-se também nestas figuras, uma variabilidade muito grande entre os tamanhos dos grãos e em algumas regiões, verifica-se uma predominância de grãos com ângulos diedros próximos a 120° ,

ocasionando na apresentação superficial de grãos com seis lados. O tamanho médio dos grãos é da ordem de $7,5\mu\text{m}$ com grãos variando na faixa de 2 a $27\mu\text{m}$.

Medidas de macro dureza Vickers apresentaram valores médio de $12,1\text{Hv}(98\text{N})\text{ GPa}$, e são representadas pela Figura 6.3.15. Este nível de dureza é muito inferior ao encontrado nas amostras prensadas a 200MPa , entretanto, representa um nível de extensa aplicação comercial, a exemplos de selos mecânicos de bombas de água, elementos de moagem, guias fios e outras.

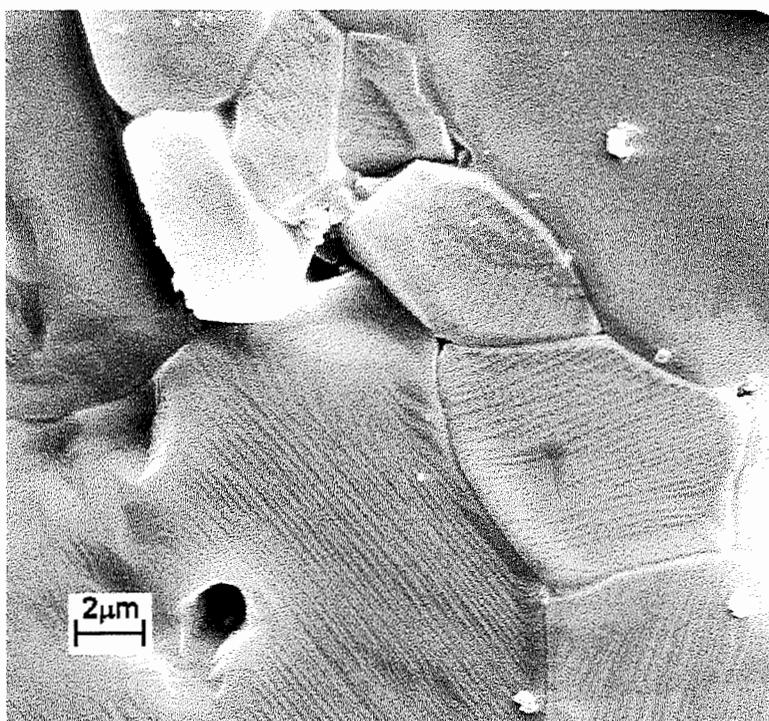


Figura 6.3. 13- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 150MPa com magnificação de 5.000 vezes.

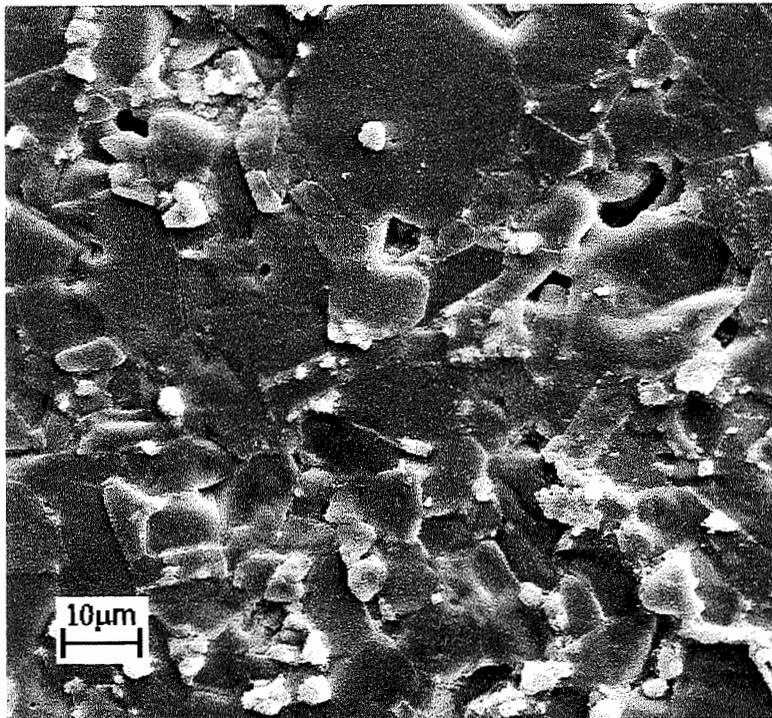


Figura 6.3. 14- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 150MPa com magnificação de 1.000 vezes.

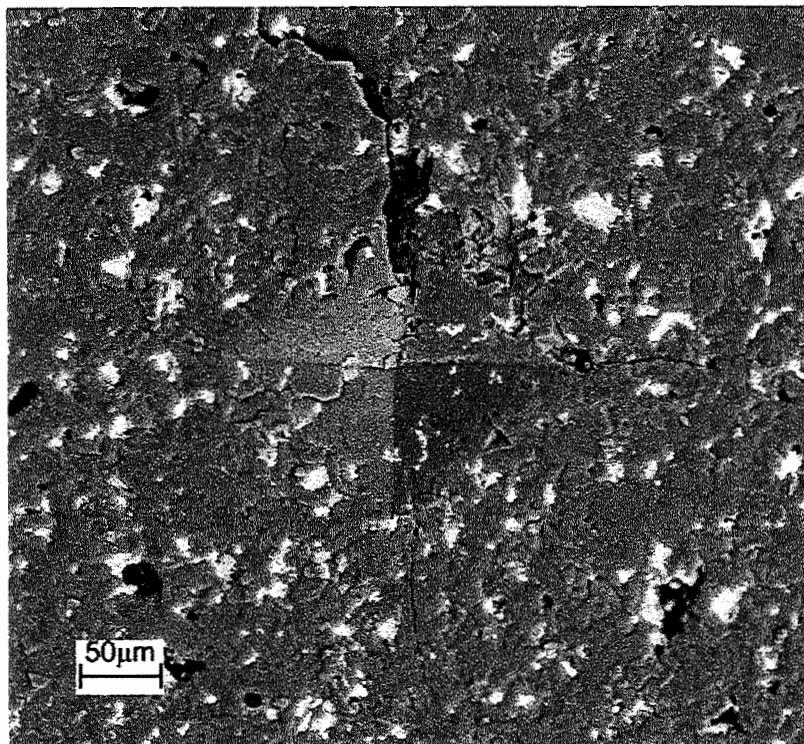


Figura 6.3. 15- Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5-150MPa, P, 98N.

c) Al 99,5% prensada isostaticamente à 100MPa

As Figuras 6.3.16 e Figura 6.3.17 apresentam a microestrutura da Alumina 99.5% prensada a 100MPa com magnificações de 5.000 e 1.000 vezes respectivamente. Nesta amostra observa-se uma quantidade bem maior de poros, alguns localizados no interior dos grãos e vários outros localizados nos pontos triplos dos contornos de grãos e uma quantidade maior relativa a defeitos decorrentes da compactação. Observam-se alguns bolsões porosos, onde não houve crescimento considerável dos grãos. Houve maior uniformidade no tamanho dos grão e um menor tamanho médio dos grãos da ordem de 5,5 μ m. Entretanto, houve aumento da heterogeneidade na morfologia dos grão. Muitos ângulos dos diedros apresentam-se muito agudos e outros em torno de 180°. Esta análise evidencia que faltou empacotamento para promover uma efetiva sinterização, faltou também uma aproximação suficiente para promover, nas mesmas condições de sinterização, o crescimento dos grãos e uma maior densificação da amostra. Apresentou densidade aparente média $\bar{D}_{ap} = 3,78 \text{ g/cm}^3$.

Medidas de macro dureza Vickers apresentaram valores médio de 8,3Hv(98N) GPa, e são representadas pela Figura 6.3.18. Este valor de dureza é relativamente baixo, abaixo de 11Hv GPa. Componentes cerâmicos estruturais, produzidos com esta matéria prima e nesta pressão isostática podem atender as aplicações de baixas solicitações e que um eventual fracasso que não apresente grandes comprometimentos, a exemplo de guias fios têxteis, selos de torneiras, isoladores elétricos de fogões.

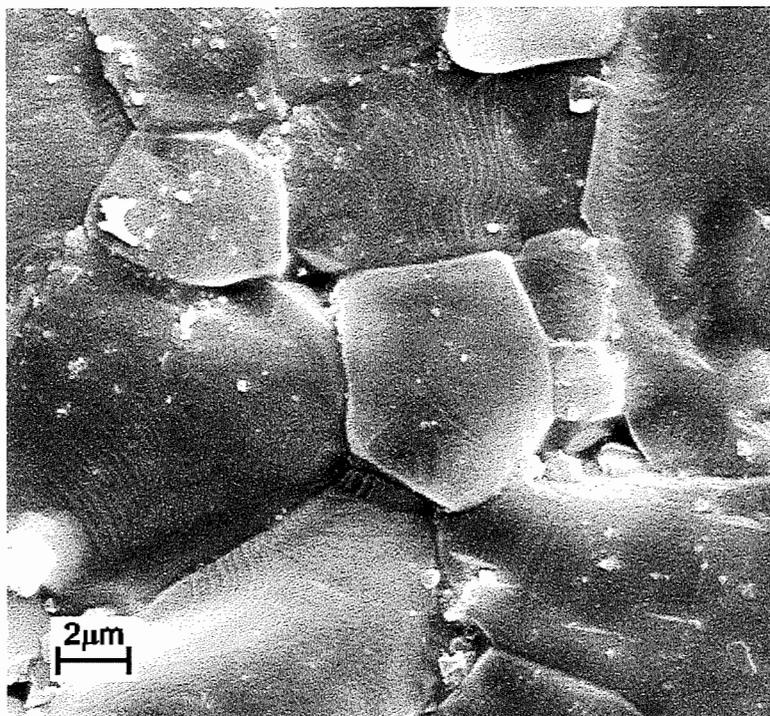


Figura 6.3. 16- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 100MPa com magnificação de 5.000 vezes.

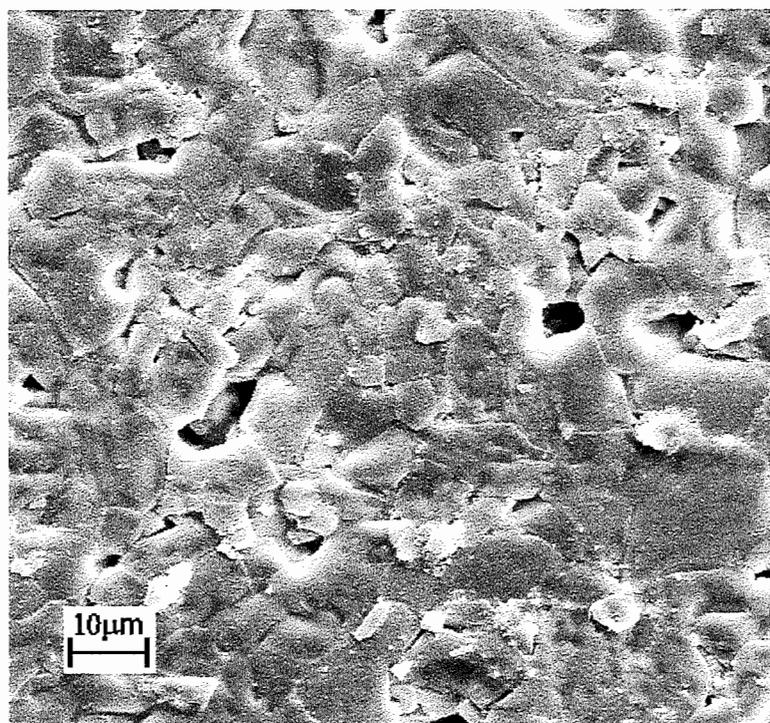


Figura 6.3. 17- Microestrutura da Alumina 99,5% prensada isostaticamente a 100MPa com magnificação de 1.000 vezes.

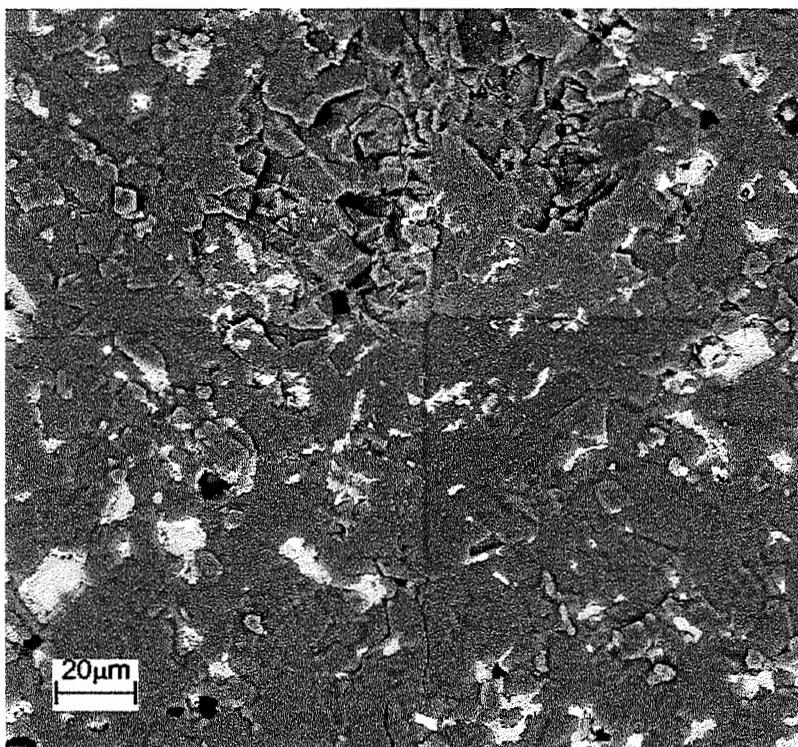


Figura 6.3. 18- Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5-100MPa, P, 98N.

6.3.2.2- Microestrutura obtida pela injeção cerâmica

Os corpos de prova injetados foram obtidos através de uma injetora de baixa pressão de alimentação, empregando-se pressão de 0,7 MPa. Utilizou-se da mesma matéria prima otimizada para a prensagem, a Alumina 99,5% obtida com a mistura 80%MV e 20%MB. Para a remoção do VO selecionou-se o processo térmico, baseado na difusão seguida de degradação térmica de seus componentes. Os corpos de prova foram envolvidos em pó absorvente (50% em volume de Alumina eletrofundida malha #325 mesh e 50% em volume de pó de polvilho doce) que auxiliaram a difusão do VO e promoveram o suporte e o escoramento do corpo. As condições de sinterização também foram idênticas às empregadas para os corpos prensados, em forno elétrico com temperatura de 1650°C ao ar com patamar de 2h.

As observações das densidades aparentes, da retração de injeção e da retração de sinterização são apresentadas na Tabela 6.3.1. Observa-se que os valores das retrações são muito superiores aos prensados, aproximadamente 30% maiores que os prensados a 100MPa, e as densidades muito inferiores ($3,33\text{g/cm}^3$). A amplificação da retração compromete a precisão em projeto de componente estrutural e aumenta a probabilidade de distorções e gradientes dimensionais decorrentes da sinterização. A menor densidade aparente evidencia a existência de vazios e defeitos internos.

As Figuras 6.3.19 e Figura 6.3.20 apresentam a microestrutura da Alumina 99.5% injetada a 0,7MPa, com magnificações de 5.000 e 1.000 vezes respectivamente. Nestas ilustrações observa-se uma quantidade de poros superior à encontrada na prensagem isostática prensada à 100MPa, entretanto, melhor distribuídos, caracterizando uma melhor uniformidade do empacotamento dos grãos. Observa-se, um tamanho médio de grãos em torno de $10\mu\text{m}$ e em alguns grãos, o crescimento preferencial em algumas direções, em número superior aos observados na prensagem isostática. Muitos ângulos dos diedros apresentam-se muito agudos e muitos em torno de 180° . Esta análise evidencia a ineficiência do empacotamento e da sinterização. Por outro lado, se fosse aplicado um aumento das condições de sinterização (temperatura, patamar), ocorreria um aumento do tamanho médio dos grãos e este efeito seria indesejável.

Medidas de macro dureza Vickers apresentaram valores médio de $8,3\text{Hv}(98\text{N})$ GPa, e são representadas pela Figura 6.3.21. O valor da dureza obtido por estas amostras ocupa um nível baixo e esta relacionado com a elevada porosidade e com o vazio da subcamada.

Tabela 6.3.1- Observações das densidades aparentes e retrações dos corpos de prova injetados.

Observações		Valores
À verde	\bar{D}_{ap}	2,11 g/cm ³
	Retração de injeção	2,0 %
Sinterizada	\bar{D}_{ap}	3,33 g/cm ³ ou 83,7% da \bar{D}_{th}
	Retração de sinterização	23,4 %
	Retração total	24,9 %

Fazendo-se uma analogia através da análise microestrutural dos corpos de prova injetados e dos corpos prensados, observa-se uma similaridade dos injetados à 0,7MPa com os prensados à 100MPa. As principais características congruentes são relativas a quantidade de poros, morfologia dos grão e dureza. A densidade aparente obtida para estes corpos apresentou-se como uma característica dissonante e muito importante que deve ser interpretada distintamente. Ponderando-se que a porosidade observada na microestrutura é muito menor que a estimada pela medida da densidade, admite-se que esta disparidade é devida aos grandes vazios internos decorrentes da remoção do veículo orgânico, entretanto, se otimizada esta etapa da injeção, os corpos injetados apresentariam um acréscimo na densidade aparente que estabeleceria os níveis observados para os prensados a 100MPa, estabelecendo assim, uma compatibilidade também na densidade entre os dois processos.

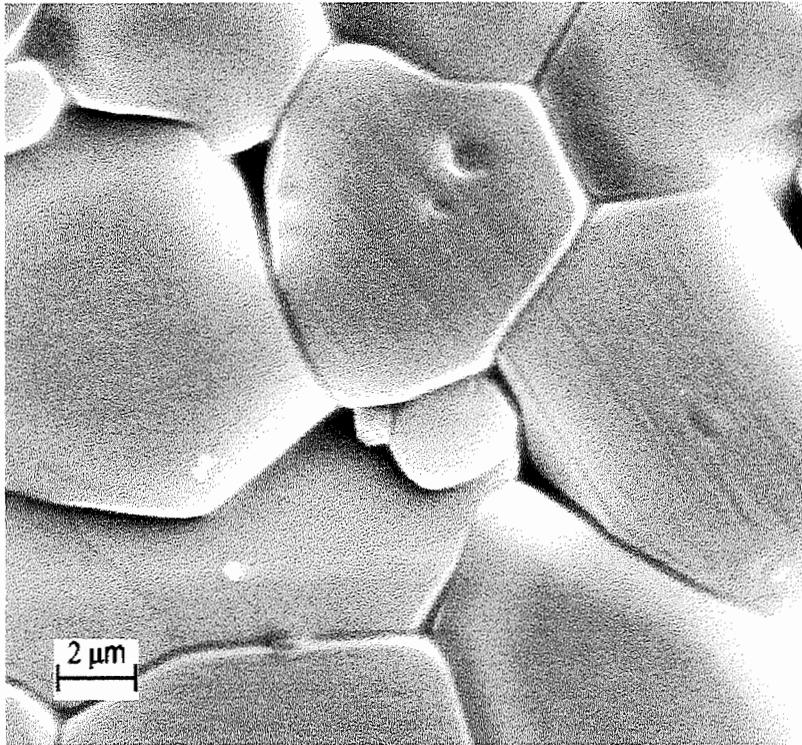


Figura 6.3. 19- Microestrutura da alumina 99,5% injetada a 0,7 MPa com magnificação de 5.000 vezes.

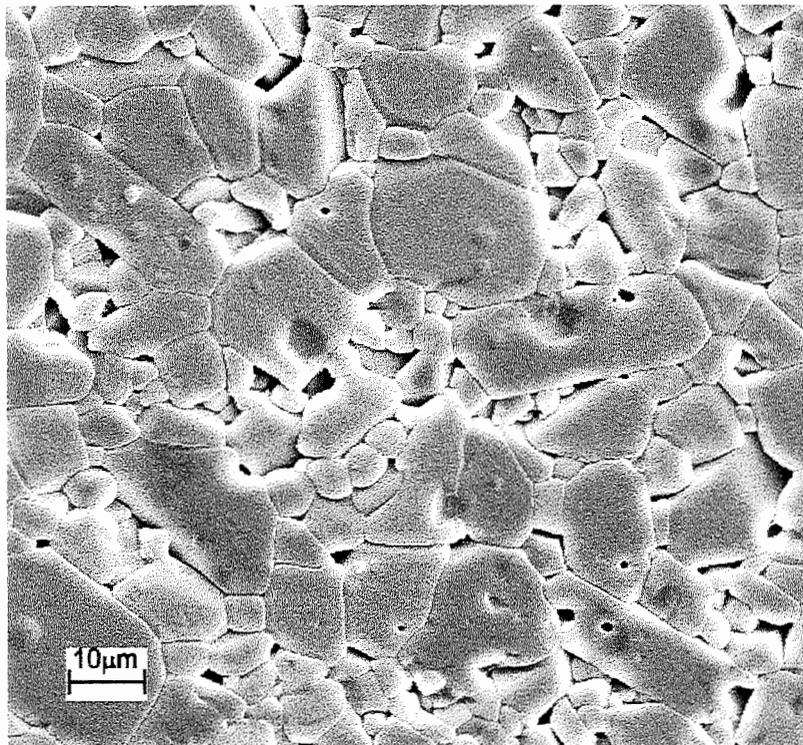


Figura 6.3. 20- Microestrutura da alumina 99,5% injetada a 0,7 MPa com magnificação de 1.000 vezes.

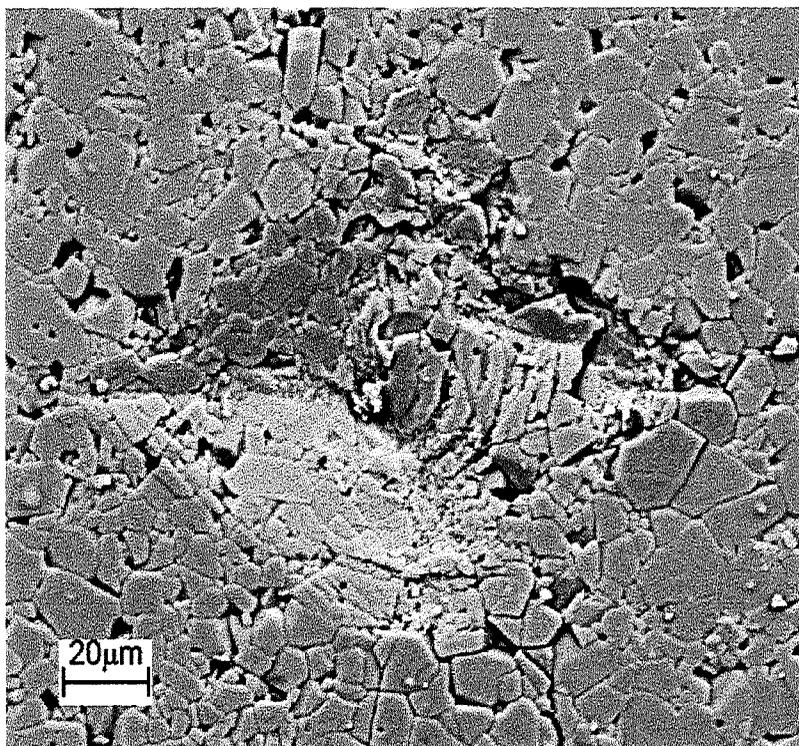


Figura 6.3. 21- Representação da impressão Vickers efetuada na Al99,5 injetada a 0,7MPa, P, 98N.

Um análise geral da microestrutura, densidade e dureza indica que as amostras injetadas contém uma quantidade maior de poros, uma densidade muito menor e uma dureza compatível com a prensagem a 100 MPa. Confrontando a porosidade observada pela microestrutura e a baixa densidade, observa-se que apenas os poros observados pela microestrutura não seriam suficientes para tamanha queda no valor da densidade. Este maior prejuízo esta relacionado com grandes vazios internos, oriundos de bolhas formadas pela evolução de vapores durante a remoção do VO. A aproximação das observações verificadas com os corpos prensados isostaticamente a 100MPa permite considerar que com uma otimização da técnica de remoção do VO no processo de injeção os corpos injetados a 0,7MPa apresentariam desempenho compatível com os prensados à 100MPa, participando, desta maneira, das cerâmicas estruturais em aplicações comerciais.

6.4- Análise da Resistência à Compressão

O ensaio de compressão atendeu as principais observações de AWAJI et al. (1993), ou sejam, os corpos foram usinados e as faces das bases retificadas para garantir o paralelismo entre elas. Utilizaram-se dois blocos cúbicos de aço rápido temperado, com as suas faces retificadas para garantir o paralelismo. Estes blocos foram utilizados como apoio para as bases dos corpos de prova e também asseguraram a proteção dos cabeçotes da máquina de ensaio. Preparou-se também um tubo de acrílico para proteção dos estilhaços proveniente da ruptura dos corpos de prova. A montagem do experimento é ilustrada nas Figuras 6.4.1 e Figura 6.4.2, destacando-se detalhes da configuração adotada e um corpo de prova após ruptura. Durante o experimento aplicou-se uma taxa de carregamento de 0,5mm/min até a ocorrência da ruptura. Foram ensaiados os corpos de prova prensados à 100 MPa e os injetados à 0,7MPa.

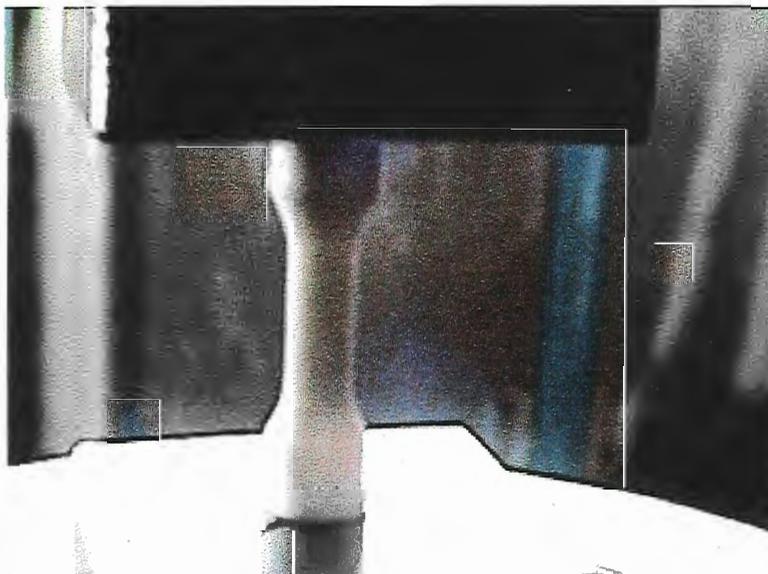


Figura 6.4. 1- Ilustração do corpo de prova preparado para compressão de fratura.



Figura 6.4. 2- Ensaio de compressão após ruptura ilustrando o sistema implantado com bases de apoio e tubo de acrílico para proteção.

Para os corpos prensados realizou-se a ruptura de 9 corpos de prova, obteve-se a distribuição de Weibull bem como a determinação do módulo de Weibull. O número de 9 corpos de prova para a estatística de Weibull está bem abaixo do recomendável que são 30 corpos e abaixo do número mínimo de 10 prescritos pelas normas de ensaio de flexão ASTM C 1161-90 e JIS R 1601, entretanto, utilizou-se de prévia análise da integridade dos corpos e subsequente análise de fratura que permite uma diminuição no número de experimentos e assegura o resultado. Na Tabela 6.4.1 são apresentados os valores da tensão de ruptura observados para os 9 corpos e na Figura 6.4.3 ilustra-se a distribuição de Weibull e o módulo encontrado. Encontrou-se uma tensão de fratura média de 3,17GPa e $m=13$, valores estes que satisfazem as expectativas para cerâmicas estruturais baseadas em alta alumina. O ajuste da equação da reta da linha de tendência na Figura 6.4.3 foi obtida pelo método de mínimos quadrados. O valor do módulo de Weibull igual a 13 é considerado como um bom parâmetro para aplicações comerciais.

A Figura 6.4.4 ilustra um dos corpos de prova fraturado, onde pode ser observada a formação de pequenos fragmentos e uma porção deles com dimensões maiores que são pertencentes as extremidades do corpo de prova. A pulverização da região central de todos os corpos de prova indica que não foram introduzidos defeitos macroscópicos no processo de fabricação dos corpos. Observou-se que a tendência de fratura nas extremidades ocorreu no plano de aplicação de tensão, cujo efeito é verificado pela divisão ao meio da extremidade do corpo de prova, validando o comportamento da propagação de trinca apresentado por AWAJI et al. (1994).

Tabela 6.4.1- Tensão de ruptura à compressão e a probabilidade de fratura dos corpos de prova prensados isostaticamente à 100 MPa.

Corpo de prova nº	σ_r GPa	Probabilidade de fratura (P_F)
01	2,89	0,1
02	2,95	0,2
03	2,96	0,3
04	3,00	0,4
05	3,17	0,5
06	3,27	0,6
07	3,37	0,7
08	3,40	0,8
09	3,51	0,9

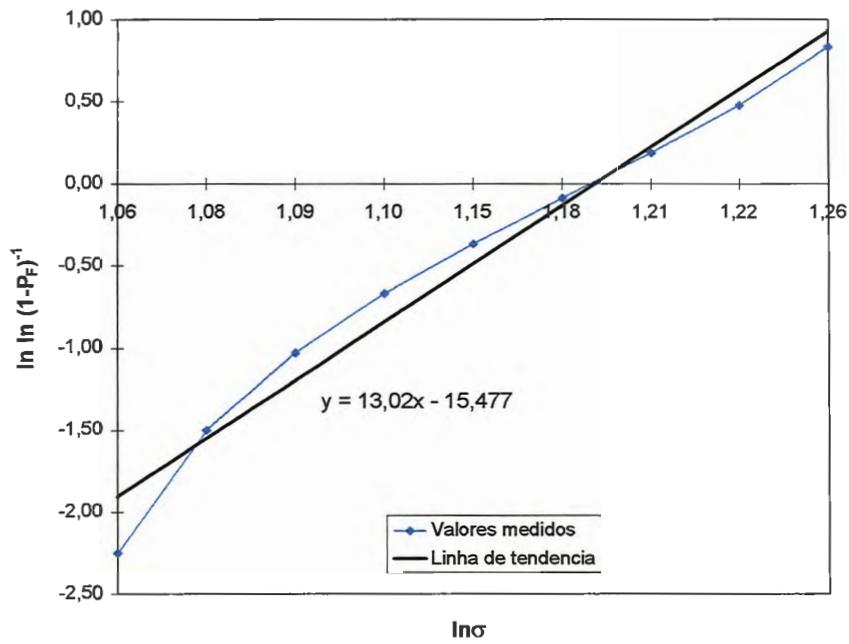


Figura 6.4. 3- Distribuição de Weibull para as tensões de fratura dos corpos prensados isostaticamente à 100MPa.

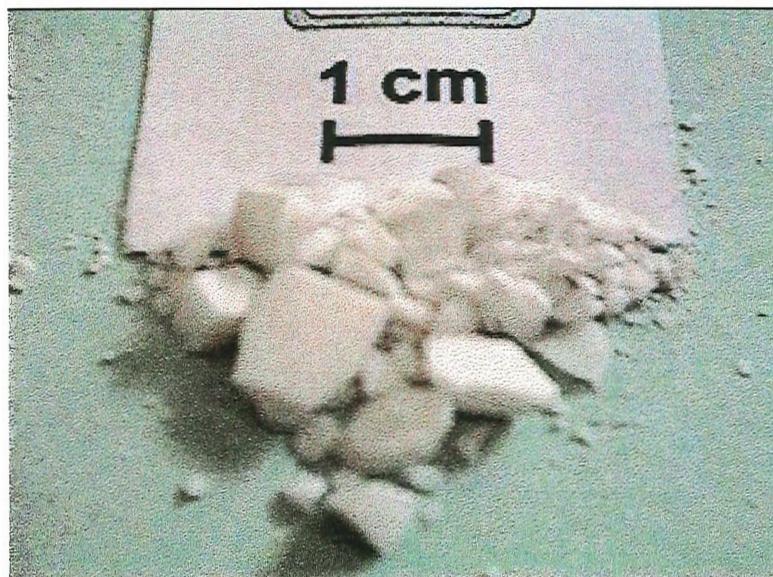


Figura 6.4. 4- Fratura de um corpo de prova prensado isostaticamente a 100MPa e submetido ao ensaio de compressão.

Os corpos de prova injetados apresentaram valores muito baixos para as tensões de ruptura, com média igual a 0,05 GPa. A análise de fratura destes corpos indica que houve inicialmente a ruptura de uma camada externa para em seguida, ocorrer uma queda de tensão e subsequente carregamento da camada interna que fraturou com uma tensão inferior a inicialmente verificada. Este valor, muito baixo, é devido aos defeitos relacionados com a remoção do VO. A formação de uma camada externa, aparentemente homogênea ocultava grandes defeitos internos. Estes defeitos, principalmente os grandes vazios internos e as longas trincas promoveram a concentração de tensão em determinadas regiões do corpo de prova acarretando na fratura prévia. Uma ilustração da fratura destes corpos são apresentadas pela Figura 6.4.5. Nela observam-se grandes fragmentos com superfície de fratura contendo grandes contornos e a influência dos flocos observados na etapa de mistura. Observa-se também um grande fragmento oriundo da parte central do corpo de prova que denota a ocorrência da distribuição de tensão irregular.



Figura 6.4. 5- Ilustração da fratura de um corpo de prova injetado.

Os valores assim obtidos não podem representar a classe dos corpos injetados. A avaliação da resistência à compressão destes corpos somente será possível após a otimização da composição veículo orgânico e de sua remoção. Observando-se as características da microestrutura, dureza e desgaste dos corpos injetados, verifica-se uma tendência destes corpos à estabelecerem níveis de resistência próximo aos prensados à 100MPa, entretanto, as soluções serão particularizadas e poderão apresentar grandes variações se projetados por diferentes pesquisadores, diminuindo a confiabilidade do processo.

6.5- Análise da Resistência ao Desgaste

Para o ensaio de desgaste utilizou-se o contato em deslizamento à seco em um equipamento tipo *pin-on-disc*. As condições experimentais para o ensaio da alumina objetiva o cumprimento das recomendações estabelecidas pela literatura, principalmente as de ANDERSSON et al. (1993), BLOMBERG et. al. (1994), LIMA (1996) e PEREZ UNZUETA et al. (1991) e a norma ASTM G 99 - 90, a saber:

- carga, 20N;
- Ra do disco, 0,60 μm ;
- Ra do pino, 0,80 μm ;
- T_{amb} , 23 a 25 °C;
- velocidade de deslizamento, 0,314 m/s;
- U_{rel} , 53 a 55%;
- preparação da amostra, lavagem com acetona, secagem à 70°C por 30 minutos, resfriamento em dissecador por 30 minutos antes da pesagem e manutenção permanente das amostras em dissecador quando fora da operação de ensaio;
- distância percorrida em cada etapa de medição, 500m.

Para estas condições de ensaio tem-se o regime de desgaste brando, aconselhado para os corpos de alumina. Realizou-se ensaios de desgaste para os corpos de prova prensados isostaticamente à 100MPa e injetados à 0,7 MPa. A Figura 6.5.1a ilustra o disco e os pinos preparados para os ensaios e na Figura 6.5.1b o sistema de contato pino-disco.



a)



b)

Figura 6.5. 1- Corpos utilizados para o ensaio de desgaste, em a) o disco e os pinos preparados e em b) o contato do sistema.

6.5.1- Resistência ao desgaste dos pinos prensados

O comportamento do desgaste dos corpos de prova prensados é ilustrado na Figura 6.5.2, onde pode-se observar um desgaste intenso nos primeiros 1000m de deslizamento com uma taxa de desgaste em torno de $52 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. A taxa de desgaste acumulada para os primeiros 2000m apresentou uma média em torno de $32 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$, com 3000m teve-se uma média em torno de $24 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e após 4000m de apresentou taxa de desgaste acumulada em torno de $19 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. O desgaste acentuado no início do deslizamento é normal e está relacionado com as características superficiais e com o assentamento do pino no disco. Alguns

pesquisadores não consideram este início de deslizamento que também é previsto e aceitável pela norma ASTM G 99 - 90. Analisando-se a taxa de desgaste ocorrida durante etapas, como ilustrado pela Figura 6.5.3, observam-se números bem menores, como na etapa de 2000 a 3000m onde observa-se uma média de $9,8 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e na etapa de 3000 a 4000m, uma média de $6,4 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Estes números são pertencentes a ordem de grandeza de $10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ a qual é considerada dentro do regime de transição entre o desgaste brando e o severo. Em uma ordem abaixo de 10^{-7} tem-se o regime de desgaste brando e uma acima (10^{-5}) tem-se o desgaste severo [LIMA (1996)]. As Figuras 6.5.2 e Figura 6.5.3 ilustram também um único corpo de prova prensado a 150MPa onde observa-se uma taxa de desgaste bem inferior e muito próxima do regime de desgaste brando.

Uma ilustração da superfície desgastada após 3000m de deslizamento do corpo de prova nº 2 é apresentada pela Figura 6.5.4, onde observa-se que neste estágio a superfície do pino foi desgastada e que os *debris* advindos do desgaste apresentando forma esférica menores que $1\mu\text{m}$ foram recompactados na superfície formando camadas na forma de escamas com dimensões variando de 10 a $100\mu\text{m}$, estas escamas se comportam como *tribo-fimes* que atuam na diminuição da taxa de desgaste.

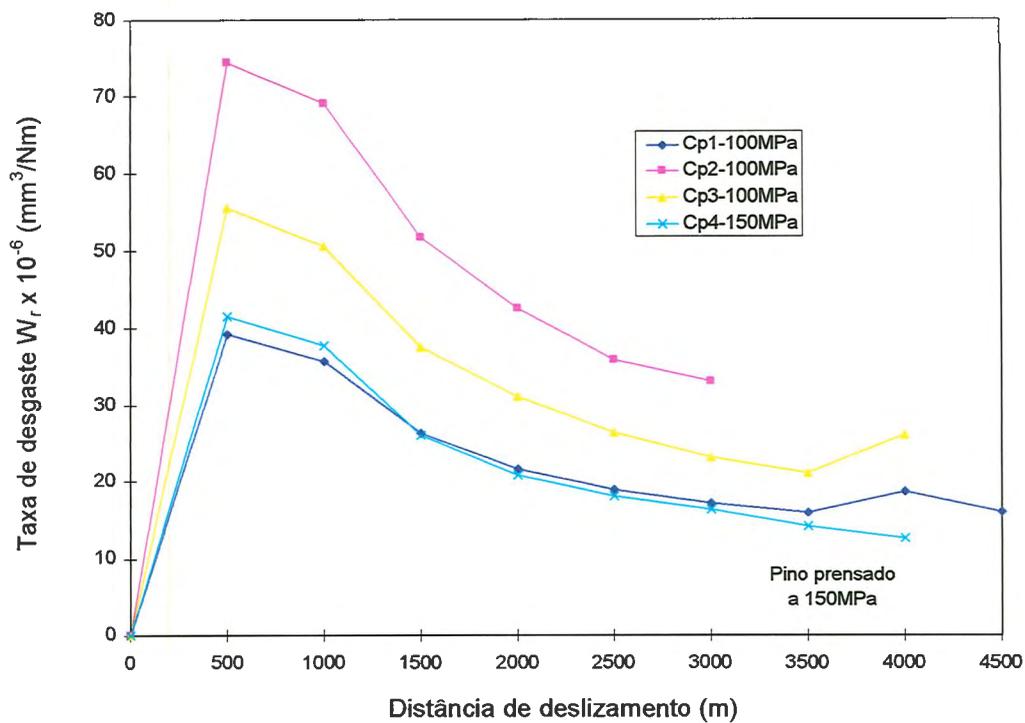


Figura 6.5. 2- Resultados da taxa de desgaste para os pinos prensados.

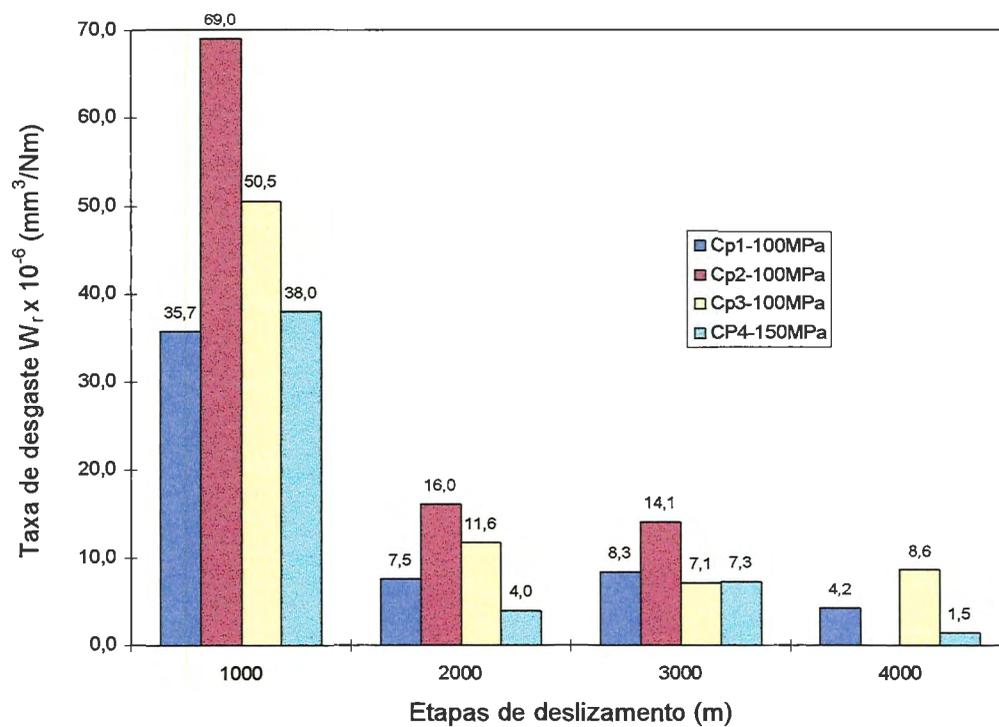


Figura 6.5. 3- Comportamento de desgaste dos pinos prensados em função da etapa de deslizamento.

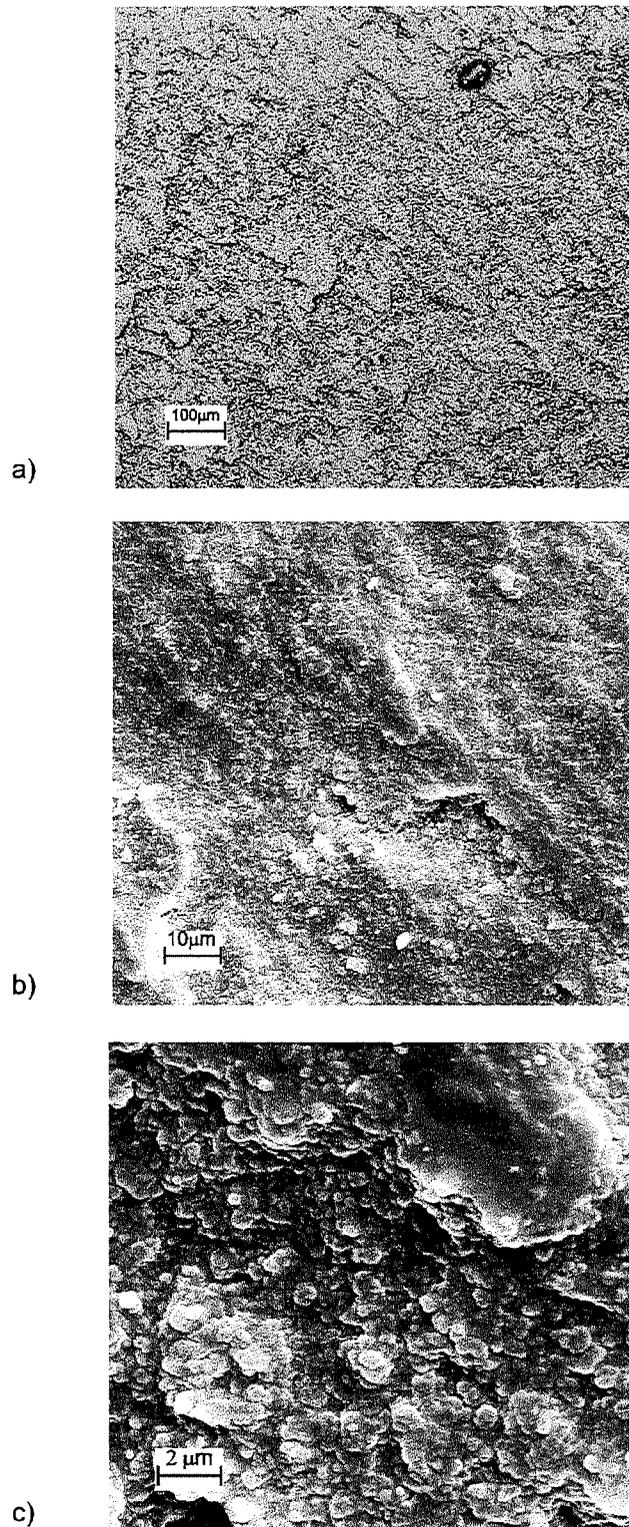


Figura 6.5. 4- Superfície desgastada do corpo de prova prensado nº 2 após 3000m de deslizamento, em a) magnificação de 100 vezes, em b) 1000 e em c) 5000 vezes.

6.5.2- Resistência ao desgaste dos pinos injetados

Os corpos de prova injetados apresentaram o comportamento de desgaste ilustrado pela Figura 6.5.5. Nessa figura, observa-se um desgaste intenso nos primeiros 500m de deslizamento com uma taxa de desgaste em torno de $43 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. A taxa de desgaste acumulada para os primeiros 2000m apresentou uma média em torno de $24 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e após 4000m de apresentou taxa de desgaste acumulada em torno de $9 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Analisando-se as taxas de desgaste ocorridas durante etapas, como ilustrado pela Figura 6.5.6, observam-se números bem menores, como por exemplo na etapa de 2000 a 3000m observa-se uma média de $8,5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$ e na etapa de 3000 a 4000m uma média de $4,5 \times 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{Nm}$. Estes valores de taxa de desgaste estão também considerados dentro regime de transição entre o desgaste brando e o severo e são ligeiramente inferiores aos observados nos pinos prensados.

Após transcorridos 3000m de deslizamento foi observada a superfície desgastada do corpo de prova nº 5 que é ilustrada pela Figura 6.5.7. Nela pode-se observar uma superfície com maior relevo, mais danificada e com várias trincas superficiais. Observa-se também a formação de escamas advindas da recompactação dos *debris*, porém com tamanhos menos uniformes e relativamente maiores que os observados nas amostras prensadas. Estas escamas quando oriundas da acumulação nos defeitos superficiais formaram pequenas sapatas de tribo-filmes que isolaram a superfície do contato, conseqüentemente, diminuindo a taxa de desgaste. Este fato deve ter inibido ligeiramente o desgaste frente as amostras prensadas. Na Figura 6.5.8 observa-se uma ilustração do volume desgastado na extremidade de contato nas etapas de deslizamento do corpo de prova nº 5.

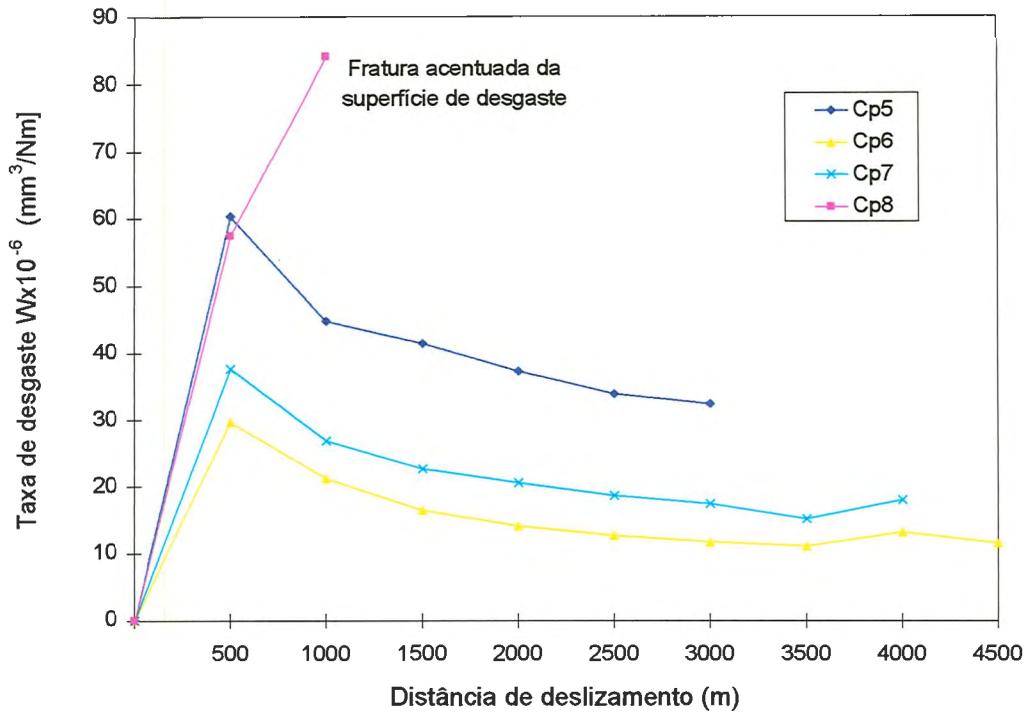


Figura 6.5. 5- Resultados da taxa de desgaste para os pinos injetados.

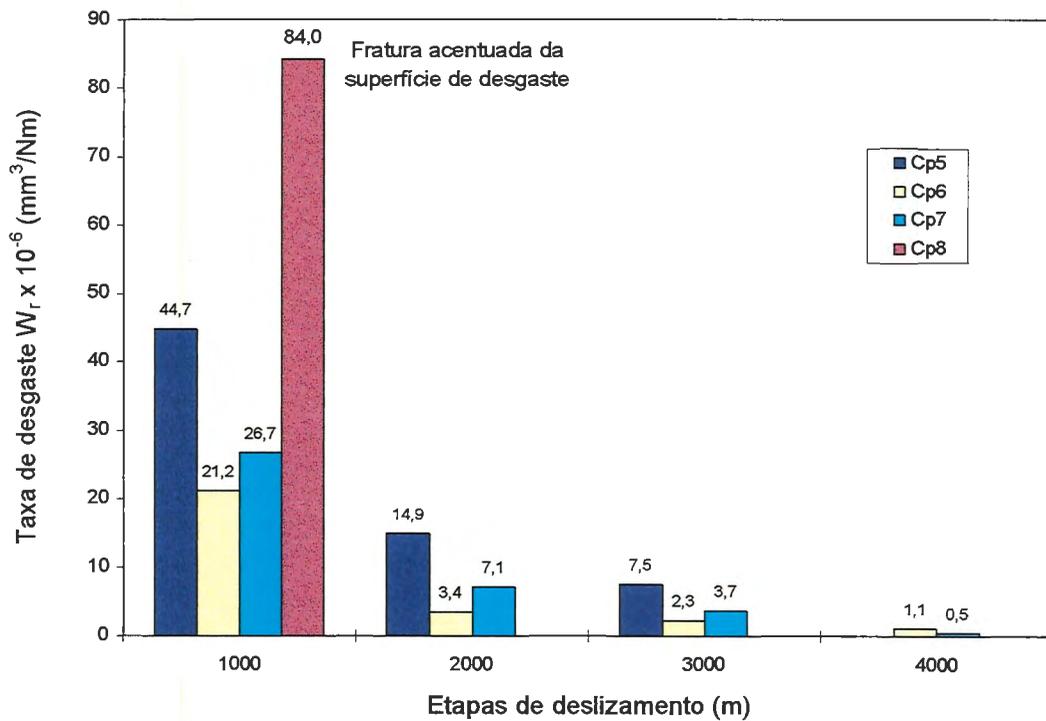


Figura 6.5. 6 Comportamento de desgaste dos pinos injetados em função da etapa de deslizamento.

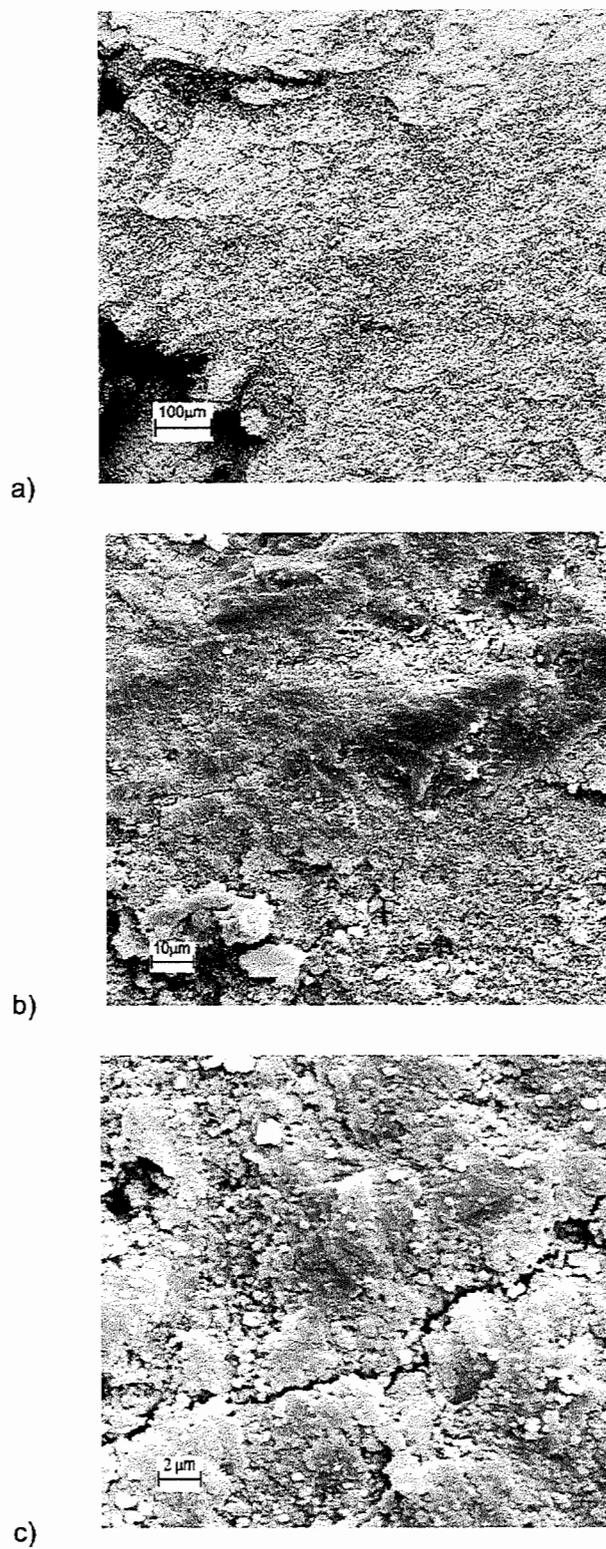


Figura 6.5. 7- Superfície desgastada do corpo de prova injetado nº 5 após 3000m de deslizamento, em a) magnificação de 100 vezes, em b) 1000 e em c) 5000 vezes.

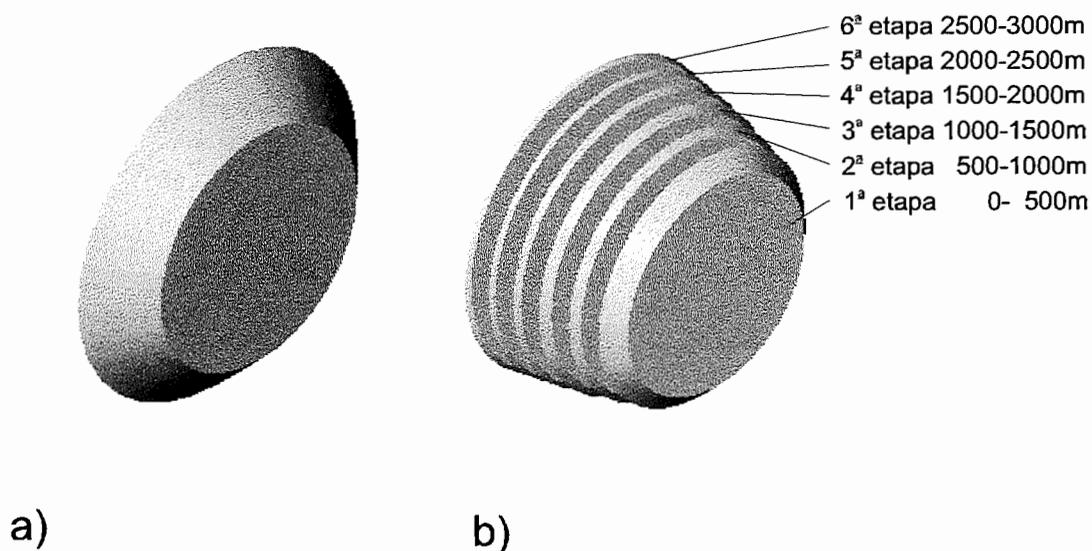


Figura 6.5. 8- Ilustração do volume desgastado do corpo de prova injetado nº 5, em a) volume total desgastado em 3000m de deslizamento e em b) a vista explodida do volume desgastado pelas diversas etapas de deslizamento.

Analisando-se o comportamento dos corpos prensados a 100MPa e dos corpos injetados à 0,7 MPa observa-se, frente a taxa de desgaste, uma pequena superioridade dos corpos injetados. Na Figura 6.5.9 é ilustrada a taxa de desgaste média dos corpos prensados e dos corpos injetados. Entretanto, através da análise da superfície de desgaste, os corpos injetados apresentaram uma acentuada fratura superficial, inclusive a revelação de trincas após os primeiros 2000m de deslizamento, na sua maioria devido a etapa de remoção do VO, que estavam ocultas pela fina camada superficial. O acúmulo de *debris* entre as trincas dos corpos injetados pode ter promovido um efeito lubrificante que permitiu uma menor taxa de desgaste. Como o ensaio foi previsto para baixa carga (20N) as trincas existentes não se propagaram e mantiveram a integridade do corpo. A Figura 6.5.10 ilustra as superfícies de desgaste dos corpos injetados a 0,7MPa, dos corpos prensados à 100MPa, e do prensado a 150MPa. Observa-se através dessa figura a deterioração superficial adquirida após 4000m de deslizamento, sendo aumentada respectivamente pelos processos e condições de conformação.

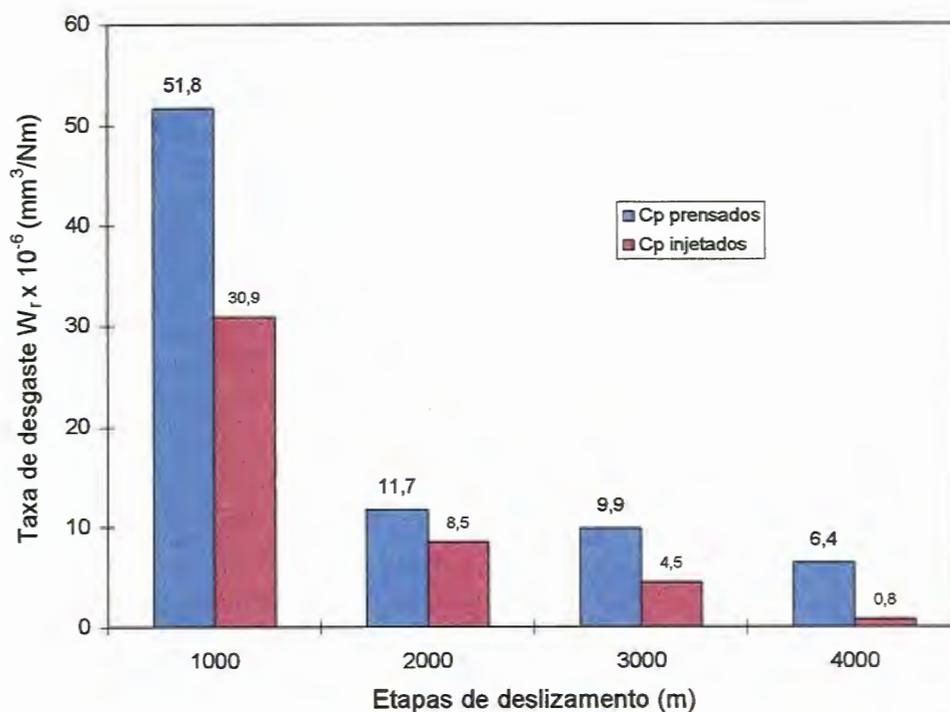


Figura 6.5. 9- Taxa de desgaste média observada para os corpos prensados a 100MPa e injetados a 0,7MPa.

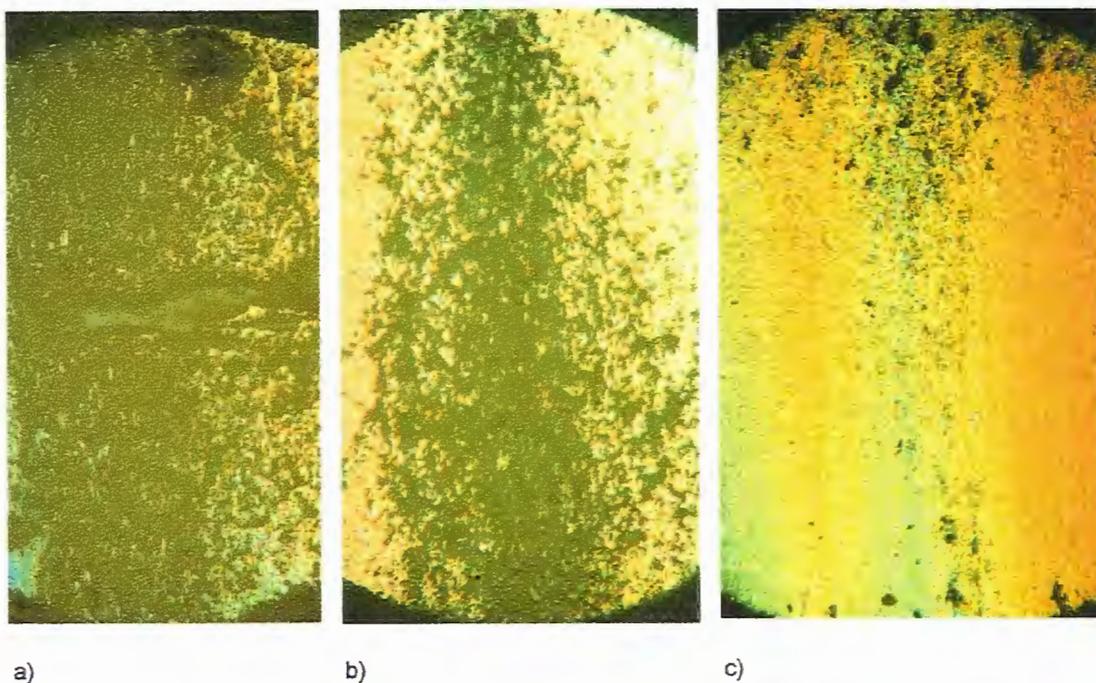


Figura 6.5. 10- Ilustração das superfícies desgastadas após 4000m de deslizamento em a) corpo de prova injetado a 0,7MPa, em b) prensado isostaticamente a 100MPa e em c) prensado isostaticamente a 150MPa.

6.6- Desempenho da Prensa Isostática

A prensa isostática projetada e construída foi testada na confecção dos cilindros de alumina de $\phi 10\text{mm}$ e comprimento 60mm para a fabricação dos corpos de prova. Apresentou desempenho plenamente satisfatório. A pressurização do vaso foi obtida com apenas 3 minutos de operação. O ciclo completo de carregamento, fechamento do vaso, pressurização, despressurização, abertura e descarga foi efetuado em 10 minutos. A Figura 6.6.1 apresenta a prensa projetada e construída para este trabalho.



Figura 6.6.1- Prensa isostática projetada e construída.

O desenvolvimento do projeto desta prensa contribuiu para a introdução do estudo e desenvolvimento de prensas isostáticas no País. O domínio desta técnica permite o projeto seguro e simplificado destes equipamentos e apresenta-se como ferramenta indispensável para projetos de prensas tipo *dry bag*. As prensas *dry bag* permitem a associação das excelentes propriedades obtidas pelas prensas isostáticas com o elevado nível de automação que estas suportam.

6.7- Condições da Usinagem à Verde

Foram avaliadas as condições de usinagem dos corpos de prova e observadas as características de acabamento superficial obtido. Com essas informações pôde-se constatar que para um bom desempenho da usinagem dos corpos de prova devem ser utilizadas as seguintes condições de usinagem e característica do rebolo e equipamento:

- rebolos cerâmicos de liga vítrea, tipo V10W [CARBORUNDUM];
- velocidade periférica do rebolo de 20 m/s a 30 m/s;
- estrutura do rebolo do tipo aberta que permite o armazenamento temporário dos pós removidos;
- tamanho médio de grãos de #36 a 60 mesh;
- foram testados grão abrasivos de alumina eletrofundida, tipo A(marrom), AA(Branca) e PA(Rosa). Os tipo A e PA empregados em rebolos duros, sofreram maior força de corte. Os abrasivos tipo AA, empregados em rebolos moles, apresentaram uma menor força de corte, mas a operação ficou sujeita a um maior número de dressagens.

7- CONCLUSÕES E RECOMENDAÇÕES

O desenvolvimento deste trabalho fundamentou-se em conhecimentos obtidos e atividades interdisciplinares realizadas principalmente nas áreas de Engenharia Mecânica e Engenharia de Materiais. Esta associação permitiu que componentes (corpos de prova) pudessem ser obtidos na sua forma final com o controle das etapas de processamento envolvidas. O presente trabalho contribui para o domínio da técnica de obtenção de cerâmicas estruturais. Este domínio é de fundamental importância e somente é conseguido através de um grande número de experimentos realizados durante um longo tempo, características estas, restritas a poucas empresas e pesquisadores.

As conclusões obtidas neste desenvolvimento puderam ser distribuídas em dois grupos as **conclusões parciais** e as **conclusões gerais**. Um terceiro grupo denominado **recomendações para futuros trabalhos** foi elaborado com base resultados e conclusões obtidas e objetivam a complementação e o enriquecimento do presente desenvolvimento.

7.1- Conclusões Parciais

Na **revisão do estado da arte**, concluiu-se que cerâmicas estruturais representam uma das quatro áreas das cerâmicas avançadas e geralmente são submetidas a elevadas solicitações devendo, portanto, ter

suas propriedades conhecidas e asseguradas. Estas cerâmicas, que são aplicadas nas mais diversas áreas de engenharia, se apresentam como grandes inovadoras da tecnologia. Todavia, apresentam limitações que coíbem aplicações em larga escala. Os principais aspectos negativos estão relacionados com a dificuldade de conformação, com a elevada fragilidade e com o custo relativamente alto.

Portanto, a seleção dos métodos de conformação dentre os disponíveis está relacionada com a forma, custo, precisão dimensional, material, flexibilidade e nível de produção do produto específico. Constatou-se que dois principais processos se destacam no atendimento destes requisitos: a injeção de massas cerâmicas e a prensagem isostática. O processo de injeção teve seu fomento à partir da segunda metade da década passada e é respaldado pela grande evolução obtida com a injeção de polímeros. A prensagem isostática por sua vez é consagrada há muitos anos, tem suas inovações relacionadas com os níveis de automação e simplificação no projetos das prensas.

Pesquisou-se a influência que estes métodos de conformação exercem no desempenho das cerâmicas estruturais e notou-se a inexistência de um trabalho que avaliasse isoladamente o vínculo entre os dois processos. Este trabalho, que possui caráter multidisciplinar, apresentou as técnicas correlatas de projetos e fabricação de máquinas, de moldes e de produtos em cerâmica estrutural.

Considerando que as cerâmicas, diferentemente dos outros materiais em geral, apresentam características e comportamentos sensitivos às condições do meio ambiente, da velocidade com que são solicitadas e da possível existência de defeitos críticos em cada componente, foi estabelecida uma **metodologia** para avaliar o desempenho das cerâmicas estruturais que eventualmente pudessem ser fabricadas pelos métodos de

injeção ou prensagem isostática. Selecionou-se os métodos e as condições que representassem o processamento convencional de um produto, evitando características particulares do corpo de prova.

A metodologia aplicada se mostrou satisfatória. A caracterização da microestrutura, acompanhada da resistência mecânica, da resistência ao desgaste, da microdureza e das densidades apresentou excelentes parâmetros de comparação.

Com relação à **caracterização da microestrutura**, a análise da matéria prima revelou aspectos diretivos quanto às formulações e processamento empregados. A alumina 96% apresentou pouca uniformidade no tamanho e na morfologia dos grão. Portanto, esta alumina não deve ser utilizada como padrão para comparar os métodos de processamento. Sua adoção para a avaliação da matéria prima poderia ser feita mas somente após o estudo e análise prévia por outro material mais uniforme.

Por outro lado a alumina 99,5% apresentou boas características como a uniformidade do tamanho e forma dos grãos e a tendência de apresentar ângulos diedros de 120° . Esta alumina, como foi desenvolvida, apresenta características ótimas para estudo dos defeitos decorrentes apenas do processamento e representa uma classe comercial de cerâmicas estruturais, embora haja no mercado internacional aluminas bastante desenvolvidas e pré processadas. Um estudo similar com estas aluminas poderá enriquecer o estudo, fornecerá equivalência com produtos estruturais especiais e apresentará dados emergentes nas academias internacionais.

Na conformação por prensagem isostática, a variação das pressões isostáticas para os ensaios apresentou modificações significativas

na microestrutura das cerâmicas avaliadas. Na pressão de 200MPa verificou-se uma elevada densificação e alta dureza acompanhada de um crescimento acentuado dos grãos, mas negativamente, apresentou-se uma maior heterogeneidade no tamanho desses grãos. Com a pressão de 100MPa verificou-se uma porosidade muito acentuada e baixa dureza contra uma maior homogeneidade e menor tamanho de grãos. Para a pressão de 150MPa encontraram-se características intermediárias.

O crescimento acentuado dos grãos verificado na prensagem de 200MPa revela uma limitação da alumina empregada na formulação pois as impurezas nela presentes prevaleceram, nestas condições, aos efeitos da aditivação do MgO. Futuros trabalhos de otimização da dopagem certamente poderão otimizar a taxa de crescimento.

A otimização de distribuição granulométrica apresentou influência muito significativa na mistura 20%MB/80%MV selecionada, que mostrou a melhor densificação e boa retração linear. Em contrapartida, a mistura 40%MB/60%MV apresentou uma excelente densificação à verde mas menor densificação após sinterização, porém, nestas condições houve uma maior homogeneidade no crescimento dos grãos. A proposta de mistura dos pós mostrou-se recomendável, necessitando porém um número maior de ensaios para que o refinamento dos resultados fosse obtido.

A injeção empregada para a obtenção dos corpos de prova foi a de baixa pressão de alimentação (0,7MPa). O confronto entre os dois processos em iguais níveis, para aplicações de cerâmicas estruturais comerciais, foi realizado com prensagem isostática a 100MPa. Nestas condições, a matéria prima empregada também apresentou as condições necessárias. Os corpos de prova assim obtidos, apresentam uma porosidade admissível e uma aceitável uniformidade nos tamanhos de grãos.

A medida das **propriedades mecânicas** obtida pelo método compressivo certificou a tendência em estabelecer a forma *dumbel* dos corpos de prova e não verificou-se nos experimentos grande disparidade entre os maiores e os menores valores. Enormes disparidades são frequentemente relatadas em ensaios compressivo de amostras colunares e em ensaios de flexão. Os corpos prensados isostaticamente à 100MPa apresentaram aceitáveis valores da tensão de ruptura e um razoável módulo de Weibull ($m=13$). Pôde-se concluir, através dos experimentos que produtos obtidos através da prensagem isostática apresentam aceitável espalhamento de valores e podem ser empregados em aplicações estruturais com bom nível de confiabilidade.

Por outro lado, produtos obtidos através da injeção à baixa pressão de alimentação (0,7MPa) são muitos susceptíveis a falhas decorrentes da remoção do VO. A remoção do VO é a etapa mais crítica deste processo, principalmente, devido a acentuada fração volumétrica de VO na MCI em torno de 45%. Este alto coeficiente volumétrico é indispensável na injeção à baixa pressão para garantir a fluidez.

Os valores da tensão da ruptura obtidos nos ensaios dos corpos de prova injetados não podem representar, como estão, a classe dos produtos injetados. Mas, amparado na análise microestrutural, no ensaio de desgaste e na dureza, que foi obtida em segmentos íntegros dos corpos de prova é possível concluir que com a otimização da formulação/extração do VO, os corpos injetados à 0,7MPa poderão vir a ter desempenho similar aos prensados a 100MPa. Entretanto, na confiabilidade destes produtos deverá ocorrer novos investimentos.

7.2- Conclusões Gerais

Pôde-se concluir que o método de conformação apresenta alta influência no desempenho das cerâmicas estruturais, não apenas pelo método aplicado mas também pelas suas características e condições de processamento. O método de prensagem isostática tipo *wet bag* apresenta-se mais confiável que o método de injeção, principalmente, quando os produtos em projeto forem submetidos a elevados carregamentos. O método de injeção à baixa pressão aplicado a produtos de pequena espessura, menores que 6mm à verde, pode apresentar bom desempenho na fabricação de produtos sujeitos ao desgaste e em aplicações de baixa solicitação de cargas, entretanto, limita-se às qualidades obtidas pela prensagem isostática com pressão de 100MPa. É ainda altamente viável a expansão do presente desenvolvimento para investigação dos demais processos e produtos, a seleção adequada do processo de conformação pode, seguramente, garantir o nível de confiabilidade e otimizar o custo das cerâmicas avançadas estruturais.

7.3- Recomendações para Futuros Trabalhos

Verificou-se que durante a evolução do trabalho, acompanhado dos ensaios e análise dos resultados, algumas contribuições poderiam complementar e enriquecer o presente desenvolvimento. Estas contribuições são apresentadas na forma de recomendações para trabalhos futuros, a saber:

- empregar, de forma similar, aluminas pré processadas obtidas no mercado internacional;
- adicionar o emprego da fratura por flexão em três ou quatro pontos, acompanhada da determinação de K_{Ic} e análise de fratura;

- verificar a influência das condições de corte da usinagem à verde nas propriedades mecânicas dos corpos de prova prensados;
- para o processamento por injeção cerâmica estudar a relação *distribuição granulométrica x porosidade*, uma vez que características como a forma, a distribuição e a quantidade dos poros podem representar muito benefício na crítica etapa de remoção do VO.
- desenvolver para o processo de injeção à baixa pressão um veículo orgânico em que, um ou mais componentes sejam inicialmente removidos por solvente, introduzindo assim porosidade inicial para a extração dos demais;
- analisar a influência da injeção a alta pressão de alimentação no desempenho das cerâmicas estruturais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. ALLOR, R. L.; JAHANMIR, S. Current problems and future directions for ceramic machining. *The American Ceramic Society Bulletin*, v.75, n.7, p.40-43, 1996.
2. ANDERSSON, P.; HOLMBERG, K. Limitations on the use of ceramics in unlubricated sliding applications due to transfer layer formation. *Wear*, v.175, p.1-8, 1994.
3. ANDERSSON, P.; BLOMBERG, A. Alumina in unlubricated sliding point, line and plane contacts. *Wear*, v.170, p.191-198, 1993.
4. ANGERMANN, H.H.; YANG, F.K.; VAN DER BIEST, O. Removal of low molecular weight components during thermal debinding of powder compacts. *Journal of Materials Science* v.27, p.2534-2538, 1992.
5. ANSTIS, G.R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B.R.; MARSHALL, D.B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. *Journal of The American Ceramic Society*, v.64, n.9, p.533-538, 1981.
6. ASHBY, M.F. *Materials selection in mechanical design*. Editora Pergamon Press, 311p. 1992.
7. ASME. Código ASME (ASME Boiler and Pressure Vessel Code), seção VIII (Pressure Vessels) e Divisão I (Regras de Projeto Padrão), 1991.
8. ASTM C 1161 - 90. Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature. *American Society for Testing and Materials*. 7p, 1991.
9. ASTM C 1239 - 94a. Standard practice for reporting uniaxial strength data and estimating Weibull distribution parameters for advanced ceramics. *American Society for Testing and Materials*, 18p, 1994.

10. ASTM G 99 - 90. Standard test method for wear testing with a pin-on-disc apparatus. *American Society for Testing and Materials*, 5p, 1990.
11. AUSTIN, G. F.; MCTAGGART, G. D. *Isostatic pressing*. in Ceramic fabrication processes. 9 Treatise on materials science and technology, Editado por WANG, F. F. Y. Academic Press, New York, p135-151, 1976.
12. AWAJI, H. & NAGNO, Y. Compressive testing of ceramics. *Journal of the ceramic society of Japan*, Int. Edition, v.101, p.920-924, 1993.
13. BAE, S. I.; BAIK, S. Critical concentration of MgO for the prevention of abnormal grain growth in alumina. *Journal American Ceramic Society*, v.77,n.10, p.2499-2504, 1994.
14. BAIK, S; MOON, J. H. Effects of Magnesium oxide on grain-boundary segregation of calcium during sintering of alumina. *Journal American Ceramic Society*, v.74,n.4, p.819-822, 1991.
15. BLOMBERG, A.; OLSSON, M.; HOGMARK, S. Wear mechanisms and tribo mapping of Al₂O₃ and SiC in dry sliding. *Wear*, v.171, p.77-89, 1994.
16. BRESCIANI FILHO, E. *Seleção de materiais metálicos*. Editora da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Campinas, 1991.
17. CALLISTER, W. D. Jr. *Materials science and engineering - an introduction*. 3ª Edição. Editora JOHN WILEY & SONS, INC.. New York, 811p, 1994.
18. CARBORUNDUM. *Catálogo geral de abrasivos de liga*. 54p /Folder/ .
19. CHANTIKUL, P.; ANSTIS, G. R.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: II, Strength method. *Journal of The American Ceramic Society*, v.64, n.9, p.539-543, 1981.
20. COORS PORCELAIN COMPANY. *Coors ceramics - Materials for tough jobs*. /Folder/
21. CUNDIL, R. T. High precision silicon nitride balls for bearings. *Ball Bearing Journal*, n.241, p.26-32, 1993.

22. DUFRANE, K. F. Wear performance of ceramics in ring/cylinder applications. *Journal American Ceramic Society*, v.72, n.4, p.691-695, 1989.
23. EDIRISINGHE, M.J.; EVANS, J.R.G. Review: fabrication of engineering ceramics by injection moulding, I Materials Selection. *Int. J. High Tecnology Ceramics*, v.2, p.1-31, 1986a.
24. EDIRISINGHE, M.J.; EVANS, J.R.G. Review: fabrication of engineering ceramics by injection moulding, II Techniques, *Int. j. High*, v.2, p.249-278, 1986b.
25. EDIRISINGHE, M.J.; EVANS, J.R.G. Properties of ceramic injection moulding formulations, Part 1 Melt rheology. *Journal of Materials Science*, v.22,p.269-277,1987a.
26. EDIRISINGHE, M.J.; EVANS, J.R.G. Properties of ceramic injection moulding formulations, Part 2 Integrity of mouldings. *Journal of Materials Science*, v.22, p.1038-1048, 1987b.
27. EDIRISINGHE, M. J.; EVANS J.R.G. Systematic development of the ceramic injection moulding process, *E-MRS Spring Meeting Strasbourg*, p17-26, 1988.
28. EYRE, T. S. An introduction to wear. Section 1: Wear characteristics of metals. *American Society for Metals*. p.1-10, 1989.
29. FOLIAS, E. S. The stress field at the base of a port in a cylindrical pressure vessel. *Int. J. Ves. & Piping*, v.36, p.249-255, 1989.
30. FORTULAN, C. A.; PURQUERIO, B. DE M. Projeto e desempenho de um moinho vibratório para cerâmica avançada. In: IV CEM-NNE/96, v.1 (IV Congresso de Engenharia Mecânica Norte-Nordeste). Recife, *Anais*, p. 237-241, 1996.
31. FORTULAN, C.A. & PURQUERIO, B. de M. O processo de injeção de cerâmica. In: XXXVII Congresso Brasileiro de Cerâmica. Curitiba. *Anais*, p.77-80, 1993a.
32. FORTULAN, C. A. *Estudo do processo de injeção de cerâmica e desenvolvimento de injetora*. Dissertação de Mestrado. EESC -USP, 1993b.

33. FORTULAN, C.A.; PURQUERIO, B. DE M. O processo de injeção de cerâmica para obtenção de componentes mecânicos. In: XII Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica. Brasília. *Anais*, p. 1993c.
34. FURUKAWA, Y.; MORONUKI, N.; KUBO, H. Application of a ceramic guideway in an ultra precision machine tool. *Bull. Japan Soc. of Prec. Engg*, v. 0, n.3, p.197-198, 1986.
35. GEIGER, G. Powder synthesis and shape forming of advanced ceramics. *The American Ceramic Society Bulletin*, v.74, n.8, p.63-65, 1995.
36. GERMAN, R. M.; HENS, K. F.; LIN, S. T. P. Key issues in powder injection molding. *American Ceramic Society Bulletin*, v.70, n.8, p.1294-1302, 1991.
37. GERMAN, R.M. *Powder injection molding*. Metal Powder Federation, Princeton, New Jersey, 521p, 1990.
38. GLAESER, W. A. High-temperature bearing materials. *Metals Engineering Quarterly*, maio, 1967.
39. GOISSIS, G.. *Notas de aulas*. Disciplina de Biomateriais. Áreas Integradas IQSC/IFSC/EESC-USP, 1994.
40. GUY, A. G.. *Ciência dos materiais*. Tradução de Silva, J. R. G.. LTC/EDUSP. São Paulo, 1980.
41. HANDWERKER, C. A.; MORRIS, P. A.; COBLE, R. L. Effects of Chemical inhomogeneities on grain growth and microstructure in Al_2O_3 . *Journal American Ceramic Society*, v.72,n.01, p.130-136, 1989.
42. HEIMKE, G.. Ceramic for osseo-integrated implants. *Advanced Ceramic Materials*, v.2, n.4, p.764-770, 1987.
43. HENCH, L.L.. Bioceramics: from concept to clinic. *American Ceramic Society Bulletin*. v.72, n.4, p.93-98, 1993.
44. INOUE, M.; KIHARA, Y.; ARAKIDA, Y. Injection moulding machine for high performance ceramics. *Interceram 2'89, Journal Ceramic Review*, v.2, p.53-57, 1989.

45. JIS R 1601. Testing method for flexural strength (Modulus of Rupture) of high performance ceramics. *Japanese Industrial Standard*. 6p, 1987.
46. JOHNSON, A.; CARLSTRÖM, E.; HERMANSSON, L.; CARLSSON, R. Rate controlled thermal extraction of organic binders from injection - molded bodies. In: MANGELS, J.A. *Advances in ceramic, 9 Forming Ceramics*. USA, p.241-245, 1984.
47. KARANDIKAR, D.A.; RAMAKRISHNAN, P. Injection moulding of P/M structural steels Powder Metallurgy and Related High Temperature Materials. Fourth International Conference on Powder Metallurgy and related High Temperature Materials. Bombay. *Anais*, p.171-178, 1987.
48. KATO, K. Tribology of Ceramics. *Wear*, v.136, p.117-113, 1990.
49. KAWASE, H.; KATO, K.; MATSUHISA, T.; MIZUNO, T. Development of ceramic turbocharger rotors for high-temperature use. *Journal of Engineering for Gas Turbines and Power*, v.115, p23-29, 1993.
50. KIM, S. S.; KIM, S. W.; HSU, S. M. A new parameter for assessment of ceramic wear. *WEAR*, v.179, p.69-73, 1994.
51. KINGERY, W.D.; BOWEN, H.K.; UHLMANN, D.R. *Introduction to ceramics*. 2nd ed., Wiley & Sons, New York, 1975.
52. KOVAR, D.; READEY, M. J. Grain size distributions and strength variability fo high-purity alumina. *Journal American Ceramic Society*, v.79, n.02, p.305-312, 1989.
53. LANCASTER, J. K. A review of the influence of environmental humidity and water on friction, lubrication and wear. *Tribology International*, v.23. p.5-16, Dec, 1990.
54. LEBRETON, C.; DUCHATEAU, D. A escolha de um material e a concepção de um produto são aspectos indissociáveis. *Máquinas e metais*, n. 350, p164-169, 1995.
55. LEE, H.L.; PARK, S. E.; HAHN, B. S. Modelling of cyclic fatigue stress for life prediction of structural ceramics. *Journal of Materials Science*, v.30, p.2521-2525, 1995.
56. LIMA, M. J. de.. *Desgaste de cerâmicas avançadas*. Dissertação de Mestrado. EESC-USP, 125p, 1996.

57. McENTIRE. Tooling design for wet-bag isostatic pressing. In: MANGELS, J.A. *Advances in Ceramics, 9 Forming of ceramics, USA*, p.16-31, 1984.
58. MANGELS, J. A.. Low-pressure injection moulding. *American Ceramic Society Bulletin*, v.73, n.5, p37-41, 1994..
59. MANGELS, J.A.; TRELA, W. Ceramic componentes by injection moulding. In: MANGELS, J.A. *Advances in Ceramics, 9 Forming of ceramics, USA*, p220-233, 1984.
60. MARKHOFF, C.J.; MUTSUDDY, B. C.; LENNON, J.W. *A method for determining critical ceramic powder volume concentration in the plastic forming of ceramic mixes*, In MANGELS, J.A. *Advances in ceramics, 9 Forming Ceramics, USA*, p246-250, 1984.
61. MATSUHIRO, K.; MIWA, S. Ceramic valves in the automobile construction of tomorrow. *INTERCERAM*, v.43, n.2, p77-79, 1994.
62. MUTSUDDY, B. C.. Equipament selection for injection molding. *American Ceramic Society Bulletin*, v.68, n.10, p1796-1802, 1989.
63. NIEDERAUER, G. G. & McGEE, T.D. Evaluation of a bioactive ceramic composite as a dental implant. *American Ceramic Society Bulletin*, v.70, n.6, p.1010-1015, 1991.
64. NIESZ, D.E. Processamento de pós. *CERÂMICA*, v.29, n.166, p.297-304, 1983.
65. NIIHARA, K.. New design concept of structural ceramics - Ceramic nanocomposites. *Journal of The Ceramic of Society of Japan*, v.99, p.945-952. 1991.
66. NOGUEIRA, R. E. F. Q. *Processing and properties of moulded alumina bodies*. Brunel. (Doctor of Philosophy - Departament of Materials Technology, Brunel University), 166p, 1992.
67. OLSSON M.; KAHLMAN, L.; NYBERG, B. Abrasive wear of structural ceramics. *American Ceramic Society Bulletin*, v.74, n.2, p.49-52, 1995.
68. PARK, J.B. *Biomaterials science and engineering*. Plenum Press. New York, 459p 1984.

69. PASCUCCI, M.R. & KATS, R.N. Modern day applications of advanced ceramics. *INTERCERAM*, v.42, n.2, 1993.
70. PENTEADO, L.A.de A. *Uma revisão da metodologia de projetos de máquinas - ferramentas de ultra precisão*. Dissertação de Mestrado. EESC-USP, 165p, 1996.
71. PEREZ-UNZUETA, A. J.; BEYNON, J. H. & GEE, M. G. Effects of surrounding atmosphere on the wear of interred alumina. *Wear*, v.146, p.179-196, 1991.
72. PURQUERIO, B. de M., PENTEADO, L.A.; FRANÇA, S.C.; FORTULAN, C. A. Máquina de ultraprecisão: um projeto desenvolvido no Brasil. *Máquinas e Metais*. p.152-163, 1994.
73. QUINN, G. D. ASTM C-28: The first decade. *American Ceramic Society Bulletin*, v.75, n.12, p.45-46, 1996.
74. QUINN G. D.; SALEM, J.; BAR-ON, I.; CHO, K.; FOLEY, M.; FANG, H.. Fracture toughness of advanced ceramics at room temperature. *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, v.97, n.5, p.579-607, 1992.
75. RAZIM, C.; KANIUT, C. Ceramics in the automobile industry. In: DAVIDGE, R.W.; VAN DE VOORDE, M.H. *Designing with structural ceramics*. Ed. Elsevier Applied Science, England, p.273-295, 1991.
76. REED, J. S. *Principles of ceramics processing*. Second Edition. Ed. John Wiley & Sons, Inc. USA, 658P, 1995.
77. RICHERSON, D.W.. *Modern ceramic engineering, Properties, processing and use in design*. Ed. Marcel Dekker, Inc. New York, USA, 1992.
78. SANTOS, P. de S. O que é cerâmica de alta tecnologia ou cerâmica avançada? *CERAMICA*, v.XI, n.2, p.39-44, 1988.
79. SHUKLA, V.N.; HILL, D.C. Binder evolution from powder compacts: thermal profile for injection molded articles, *Journal American Ceramic Society*, v.72, n.10, p.1797-1803, 1989.
80. SILVA, A. L. da C.; MEI, P. *Aços e ligas especiais*. Impresso pela ELETROMETAL S.A. Campinas, 1988.

81. SMITH, V.; DECKMAN, B.; BRUECK, D. Advanced ceramics: where do we go from here? *American Ceramic Society Bulletin*, v.73, n.12, p.49-52, 1994.
82. SPUR, G.; MERZ, P. Binder development for powder injection molding at the example of alumina. *PRODUCTION ENGINEERING*, v.II/2, p.55-58, 1995.
83. STACHOWIAK, G. W.; STACHOWIAK, G. B.. Unlubricated wear and friction of toughened zirconia ceramics at elevated temperatures. *Wear*, v.143, p.277-295, 1991.
84. STANCIU, V.V. Tooling for ceramic injection molding, In: MANGELS, J.A. *Advances in ceramic, 9 Forming Ceramics*, USA, p.239-240, 1984.
85. STEVENS C. *Advanced ceramic materials: A assessment of U.S. Markets*. OFFICE OF STRATEGIC RESOURCES U.S. DEPARTMENT OF COMMERCE. October, 1983.
86. TAGUCHI, M. Applications of high-technology ceramics in Japanese automobiles. *ADVANCED CERAMIC MATERIALS*, v.2, n.4, p.754-762, 1987.
87. TANAKA, H.; FUKAI, S.; UCHIDA, N.; UEMATSU, K. Effect of moisture on the structure and fracture strength of ceramic green bodies. *Journal American Ceramic Society*, v.77,n.12, p.3077-3080, 1994.
88. TELLES, P. C. S. *Vasos de pressão*. Livros Técnicos e Científicos Editora Ltda. Rio de Janeiro, 300p,1991.
89. TERPSTRA, R.A.; PEX, P.P.A.C.; VRIES, A. H. de. *Ceramic processing*. Ed. CHAPMAN & HALL. LONDON, 217p, 1995.
90. TING, J. -M.; LIN, R. Y. Effect of particle size distribution on sintering- Part I modelling. *Journal of Materials Science*, v.29, p.1867-1872, 1994a.
91. TING, J. -M.; LIN, R. Y. Effect of particle size distribution on sintering- Part II sintering of alumina. *Journal of Materials Science*, v.30, p.2382-2389, 1994b.

92. VAN DE VOORDE, M. H. Market trends for advanced ceramics in Western Europe. *The American Ceramic Society Bulletin*, v.75, n.12, p.47-50, 1996.
93. VAN DE VOORDE, M. H. Perspectives of structural ceramics and present R&D efforts. In: DAVIDGE, R.W.; VAN DE VOORDE, M.H. *Designing with structural ceramics*. Ed. Elsevier Applied Science, England, p.1-20, 1991.
94. VEIGA, M.M.; SOARES, P.S.M.; SILVA, A.P.; ALVARINO, S.B. Estudo do mercado brasileiro de cerâmica avançada. *Associação Brasileira de Cerâmica*, v.239, p.6a-17a, 1989.
95. XU, H.H.K.; JAHANMIR, S.. Simple Technique for observing subsurface damage in machining of ceramics. *Journal American Ceramic Society*. v.77, p.1388-1390, 1994.
96. WREGE, P.A.S.; PURQUERIO, B. DE M & FORTULAN, C.A. Projeto de moldes para massas cerâmicas. In: XXXVIII Congresso Brasileiro de Cerâmica. Blumenau. *Anais*, p.1191-1196, 1994a.
97. WREGE, P.A.S.. *Projeto de moldes para injeção de massas cerâmicas à baixa pressão*. Dissertação de Mestrado. EESC-USP, 126p, 1994b.
98. WU, X. L. K.; McANANY, W. J. Acrylic binder for green machining. *American Ceramic Society Bulletin*, v.05, n.12, p.61-64, 1995.
99. YAMAMOTO, T.; OLSSON, M.; HOGMARK, S. Three-body abrasive wear of ceramic materials. *Wear*, v.174, p.21-31, 1994.
100. ZANOTTO, E. D. & MIGLIORE JR, A. R. Propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos: Uma introdução. *CERÂMICA*, v.37, n.247, p.7-16, 1991.
101. ZAVAGLIA, C.A. de C. *Aplicações de biocerâmica em próteses ortopédicas*. Tese de Livre docência. UNICAMP. 116p, 1993.
102. ZHENG, X. J.; GLINKA G.; DUBEY R. N. Calculation of stress intensity factors for semielliptical cracks in a thick-wall cylinder. *International Journal Pressure Vessels & Piping*. v. 62, p.249-258, 1995.

103. ZORZI, J.E.; JORNADA, J.A.H. da; MODESTO, F. WEINGAERTNER, W.L. Usinagem a verde como alternativa em conformação de cerâmica de alta tecnologia. In: I Seminário de Tecnologia Cerâmica. Cocal do Sul, *Anais*, 1995.
104. ZUN GAHR, K. H. Sliding wear of ceramic-ceramic, ceramic-steel and steel-steel pairs in lubricated and unlubricated contact. *Wear*, v.133, p.1-22, 1989.