

 $\mathbf{INPE-16694}\text{-}\mathbf{TDI}/1638$ 

# DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e ZrO<sub>2</sub> PARA CONFECÇÃO DE FERRAMENTAS DE CORTE PARA TORNEAMENTO

Miguel Adriano Inácio

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. José Vitor Cândido de Souza, e Maria do Carmo de Andrade Nono, aprovada em 24 de fevereiro de 2010.

> URL do documento original: <http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m19@80/2010/05.18.18.05>

> > INPE São José dos Campos 2010

#### **PUBLICADO POR:**

Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE Gabinete do Diretor (GB) Serviço de Informação e Documentação (SID) Caixa Postal 515 - CEP 12.245-970 São José dos Campos - SP - Brasil Tel.:(012) 3208-6923/6921 Fax: (012) 3208-6919 E-mail: pubtc@sid.inpe.br

## CONSELHO DE EDITORAÇÃO E PRESERVAÇÃO DA PRODUÇÃO INTELECTUAL DO INPE (RE/DIR-204):

#### **Presidente:**

Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação Observação da Terra (OBT)

#### Membros:

Dr<sup>a</sup> Inez Staciarini Batista - Coordenação Ciências Espaciais e Atmosféricas (CEA) Dr<sup>a</sup> Maria do Carmo de Andrade Nono - Conselho de Pós-Graduação Dr<sup>a</sup> Regina Célia dos Santos Alvalá - Centro de Ciência do Sistema Terrestre (CST) Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID) Dr. Ralf Gielow - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT) Dr. Wilson Yamaguti - Coordenação Engenharia e Tecnologia Espacial (ETE) Dr. Horácio Hideki Yanasse - Centro de Tecnologias Especiais (CTE) **BIBLIOTECA DIGITAL:** Dr. Gerald Jean Francis Banon - Coordenação de Observação da Terra (OBT) Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID)

Deicy Farabello - Centro de Previsão de Tempo e Estudos Climáticos (CPT)

#### **REVISÃO E NORMALIZAÇÃO DOCUMENTRIA:**

Marciana Leite Ribeiro - Serviço de Informação e Documentação (SID) Yolanda Ribeiro da Silva Souza - Serviço de Informação e Documentação (SID) EDITORAÇÃO ELETRÔNICA:

Vivéca Sant'Ana Lemos - Serviço de Informação e Documentação (SID)



 $\mathbf{INPE-16694}\text{-}\mathbf{TDI}/1638$ 

# DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e ZrO<sub>2</sub> PARA CONFECÇÃO DE FERRAMENTAS DE CORTE PARA TORNEAMENTO

Miguel Adriano Inácio

Dissertação de Mestrado do Curso de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, orientada pelos Drs. José Vitor Cândido de Souza, e Maria do Carmo de Andrade Nono, aprovada em 24 de fevereiro de 2010.

> URL do documento original: <http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m19@80/2010/05.18.18.05>

> > INPE São José dos Campos 2010

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)

Inácio, Miguel Adriano.

In1d

Desenvolvimento de compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3$  e  $ZrO_2$ para confecção de ferramentas de corte para torneamento / Miguel Adriano Inácio. – São José dos Campos : INPE, 2010. xxiv + 73 p. ; (INPE-16694-TDI/1638)

Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos, 2010.

Orientadores : Drs. José Vitor Cândido de Souza, e Maria do Carmo de Andrade Nono.

1. Alumina. 2. Zircônia. 3.Ferramenta Cerâmica . 4. Usinagem. I.Título.

CDU 621.7.015:666.3-16

Copyright © 2010 do MCT/INPE. Nenhuma parte desta publicação pode ser reproduzida, armazenada em um sistema de recuperação, ou transmitida sob qualquer forma ou por qualquer meio, eletrônico, mecânico, fotográfico, reprográfico, de microfilmagem ou outros, sem a permissão escrita do INPE, com exceção de qualquer material fornecido especificamente com o propósito de ser entrado e executado num sistema computacional, para o uso exclusivo do leitor da obra.

Copyright © 2010 by MCT/INPE. No part of this publication may be reproduced, stored in a retrieval system, or transmitted in any form or by any means, electronic, mechanical, photocopying, recording, microfilming, or otherwise, without written permission from INPE, with the exception of any material supplied specifically for the purpose of being entered and executed on a computer system, for exclusive use of the reader of the work.

Aprovado (a) pela Banca Examinadora em cumprimento ao requisito exigido para obtenção do Título de Mestre em

ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores

Dr. Sérgio Luiz Mineiro

Dr.

Dra.

Presidente / INPE / São José dos Campos - SP

Orientador(a) / MPE/ SiCampos - SP  $\mathbf{c}$  $\widehat{}$ Orientador(a) //INPE / SJCampos - SP

Maria do Carmo de Andrade Nono

Dr. Olivério Moreira de Macedo Silva

José Vitor Cândido de Souza

Convidado(a) / IAE/CTA / SJCampos - SP

Aluno (a): Miguel Adriano Inácio

São José dos Campos, 24 de fevereiro de 2010

"Só Por Deus".

Miguel Adriano Inácio

Às pessoas que me ajudaram ao longo de minha vida.

## AGRADECIMENTOS

A Deus, o autor de tudo.

A meu pai, que independentemente de minha escolha sempre me apoiou.

A minha esposa e companheira Elaine, que nunca permitiu que eu desanimasse.

Aos meus orientadores Prof. Dr. José Vitor Cândido de Souza e Profa. Dra. Maria do Carmo de Andrade Nono, pela orientação e apoio na realização deste trabalho.

Ao grupo de pesquisas em Engenharia de Superfícies e Cerâmicas Micro e Nanoestruturadas (SUCERA), pela atenção dedicada.

Ao Prof. Dr. Olivério Moreira de Macedo Silva, que possibilitou a utilização dos laboratórios do AMR/IAE/CTA para confecção e análises dos insertos cerâmicos e pelo seu excelente apoio no desenvolvimento do trabalho.

Ao Prof. Dr. Francisco Piorino Neto do AMR/IAE/CTA, que contribuiu com sua experiência e disponibilizou bibliografias relevantes para este trabalho.

Ao Dr. Sérgio Luiz Mineiro, que tanto contribuiu com sua experiência laboratorial.

Ao Dr. João Paulo Barros Machado, que em muitas noites de trabalho me ajudou com sua experiência.

Aos profissionais do SEMA (laboratório de usinagem), que possibilitaram a realização dos testes de usinagem.

Aos professores da Área de Concentração em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores (CMS) do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais (ETE), pelo conhecimento compartilhado.

Ao Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE), pela oportunidade de estudos e utilização de suas instalações.

Ao Laboratório Associados de Sensores e Materiais (LAS), por ter disponibilizado a infraestrutura necessária para a execução desta dissertação de mestrado.

À Coordenação de aperfeiçoamento de pessoal de nível superior (CAPES), pelo auxílio financeiro recebido.

A todos os amigos que, de uma forma ou de outra, deixaram sua contribuição neste trabalho, o meu sincero agradecimento.

#### **RESUMO**

A aplicação de novos materiais tem sido objeto de inovações tecnológicas, principalmente nas indústrias aeroespacial e aeronáutica. As ferramentas utilizadas no processo de manufatura desses materiais não seguem a mesma tendência de evolução, sendo necessário o desenvolvimento de novos materiais para essas aplicações. Particularmente nos últimos anos, têm-se observado taxas altas de crescimento do mercado para os produtos cerâmicos de alumina e de zircônia com aplicações nas mais variadas áreas multidisciplinares. Este trabalho tem como objetivo o desenvolvimento e a caracterização de ferramentas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e de ZrO<sub>2</sub> para o uso no torneamento do ferro fundido cinzento. Duas composições químicas foram selecionadas, uma à base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e outra à base ZrO<sub>2</sub>, com objetivo de obter cerâmicas densas com resistência mecânica alta para a utilização como ferramentas de corte. A escolha se deu em função do caráter inovador do projeto e visa contribuir para o aumento da quantidade pequena de informações técnicas e científicas disponíveis para esta classe de ferramentas cerâmicas. A análise dos resultados das propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos de alumina-zircônia, apresentados na literatura, permitiu a definição de duas composições químicas: i) 81.5 % em peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 18,5% 3Y-ZrO<sub>2</sub> e ii) 70 % em peso de 3Y-ZrO<sub>2</sub> e 30 % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Os pós precursores das duas composições foram compactados por prensagens uniaxial e isostática, e sinterizados em 1600 °C. As cerâmicas sinterizadas foram caracterizadas quanto as suas microestruturas e propriedades mecânicas e preparadas para atuarem com insertos para uso como ferramentas de corte. Os compósitos cerâmicos de alumina-zircônia apresentaram valores de densidade relativa acima de 98 %. As cerâmicas ricas em alumina, apresentaram valores de dureza de 16,2 GPa e de tenacidade à fratura de 6,2 MPa.m<sup>1/2</sup>. Enquanto que, as cerâmicas ricas em zircônia, apresentaram valores de dureza de 15,0 GPa e de tenacidade à fratura de 7,2 MPa.m<sup>1/2</sup>. As superfícies retificadas dos insertos cerâmicos mostraram rugosidade homogêneas, quando analisadas por perfilometria ótica e por microscopia de forca atômica. Os resultados dos testes de usinagem por torneamento, realizados no ferro fundido cinzento da classe GG20, com velocidades de corte de 180 360 m/min, foram similares para ambas as ferramentas de corte desenvolvidas. No entanto, após o teste de usinagem com velocidade de corte de 500m/min, a ferramenta cerâmica com quantidade maior de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresentou valor maior de desgaste de flanco do que a ferramenta com contem quantidade maior de 3Y-ZrO<sub>2</sub>.

### DEVELOPMENT OF Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub> CERAMIC COMPOSITES FOR MANUFACTURING OF MACHINING CUTTING TOOLS

#### ABSTRACT

The application of new materials has been object of technological innovations, mainly in the aerospace and aeronautical industries. The tools used in the manufacture process of those materials do not follow the same evolution tendency and it has been necessary the development of new materials for those applications. In the last years, high rates of growth of the market have been observed for the ceramic products of alumina and zirconia with applications in the most different areas. The objectives of this work are the development and the characterization of cutting tools of  $Al_2O_3$  and  $ZrO_2$  for the use in the machining of gray cast iron. Two chemical compositions were selected: one based on Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and other based on ZrO<sub>2</sub>, in order to obtain dense ceramic with high mechanical resistance. The choice was carried out considering the innovative character of the project and its capacity to contribute for the increase the information on technical and scientific subjects available for this class of ceramic tools. The selection of the ceramic chemical composition was based on the mechanical properties related on the literature. Then, the powder chemical compositions used were: i) 81.5 wt % of alumina and 18.5 wt % of 3Y-ZrO<sub>2</sub> and i) 70 wt % of alumina and 30 wt % of 3Y-ZrO<sub>2</sub>. Later, these two compositions were compacted (by uniaxial an isostatic pressing) and sintered at 1600 °C. The sintered ceramics were characterized in relation to their microstructural and mechanical properties. After this, the ceramics inserts to use as cutting tools were prepared. The  $Al_2O_3$  - ZrO<sub>2</sub> ceramic composites presented relative density values larger than 98 %. The rich-alumina ceramics presented hardness of 16.2 GPa and fracture toughness of 6.2 MPa.m<sup>1/2</sup>. The rich-zirconia ceramics presented hardness of 15.0 GPa and fracture toughness of 7.2 MPa.m<sup>1/2</sup>. The surfaces of the finished ceramic inserts presented homogeneous roughness. The results of the machining tests for gray cast iron GG20 class were similar behavior for both ceramic cutting tools, for cutting speed of 180 and 360 rpm. However, the rich-alumina cutting tool presented the higher value of flank wear, when tested at cutting speed of 500 rpm.

#### LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1.1 -Representação esquemática do campo de tensões de compressão resultante do avanço de uma trinca em uma cerâmica contendo zircônia e a conseqüente transformação t $\rightarrow$ m de grãos na sua microestrutura
FIGURA 1.2 - Efeito da formação de microtrincas ao redor de uma partícula de zircônia monoclínica devido à mudança de estrutura cristalina para tetragonal
FIGURA 1.3- Efeito da presença de grãos de zircônia em matriz de cerâmica alumina densa, na região próxima de uma trinca
FIGURA 1.4 - Variação da porosidade durante o processo de sinterização no estado sólido. ( $\Delta L = Lo - L_f$ é a contração linear, sendo Lo o comprimento inicial e $L_f$ o comprimento final)
FIGURA 1.5 - Caminhos da difusão atômica termicamente ativada no processo de sinterização
FIGURA 2.1 - Relação entre dureza e tenacidade dos principais materiais para ferramentas de corte
FIGURA 2.2 - Desenho esquemático mostrando a cunha de corte de uma ferramenta de torneamento
FIGURA 2.3 - Arestas de corte e superfícies da região de corte de uma ferramenta de torneamento
FIGURA 2.4 - Comportamento da dureza em função da temperatura de ferramentas de corte de cerâmicas e de metal duro
FIGURA 2.5 - Formas de desgaste mecânico de uma ferramenta de corte:
FIGURA 2.6 -Secção transversal de uma ferramenta de corte mostrando os vários tipos de desgaste
FIGURA 3.1- Fluxograma mostrando as etapas do procedimento experimental adotado neste trabalho
FIGURA 3.2 - Geometria das ferramentas desenvolvidas neste trabalho
FIGURA 3.3 - Torno semi-automático utilizado nos ensaios e alocado no SEMA/INPE. 
FIGURA 3.4 - Vistas lateral e superior do porta ferramentas Sandvik CSBNR2525M12- 4, utilizado neste trabalho
FIGURA 3.5 - Porta ferramentas da marca Sandvik CSBNR2525M12-4
FIGURA 4.1– Distribuição dos tamanhos de partículas no pó de α-Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> utilizada neste trabalho
FIGURA 4.2- Imagem obtida por MEV do pó de $\alpha$ -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
FIGURA 4.3- Difratograma de raios X da alumina utilizada neste trabalho50

FIGURA 4.4- Distribuição dos tamanhos de partículas do pó de zircônia utilizado neste trabalho	
FIGURA 4.5 - Imagem obtida por MEV do pó de 3Y-ZrO <sub>2</sub>	
FIGURA 4.6 - Difratograma de raios X do pó de 3Y-ZrO252	
FIGURA 4.7 - Difratograma de raios X da cerâmica A	
FIGURA 4.8 - Difratograma de raios X da cerâmica B 54	
FIGURA 4.9 - Imagens da superfície de fratura do compósito cerâmico de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - ZrO <sub>2</sub> A	
FIGURA 4.10 - Imagens da superfície de fratura do compósito cerâmico de Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - ZrO <sub>2</sub> B	
FIGURA 4.11 – As imagens mostram: a) as ferramentas cerâmicas desenvolvidas neste trabalho e b) uma ferramenta cerâmica fixada ao suporte durante a usinagem	
FIGURA 5.12 – Imagens das topografias das superfícies da região do raio de ponta de: a) ferramenta A e b) ferramenta B	
FIGURA 5.13 – Imagens das topografias das superfícies de saída de: a) ferramenta A e b) ferramenta B59	
FIGURA 4.14 – Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc =180 m/min. 61	
FIGURA 4.15 - Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc = 360 m/min. 61	
FIGURA 4.16 – Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc = 500 m/min. 62	
FIGURA 4.17 - Comportamento do desgaste de flanco em função da velocidade de corte	

### LISTA DE TABELAS

Tabela 1.1 - Mecanismos que atuam no crescimento do pescoço	. 16
Tabela 3.1 Composição química do pó nanoparticulado de zircôniacomercial	.33
Tabela 3.2 - Composição química do pó de alumina reativa OP1000 comercial	.34
Tabela 3.3Parâmetros utilizados nos testes de usinagem	45
Tabela 3.4 - Dimensões do porta ferramentas	47
Tabela 4.1 – Valores de massa específica e de densidade a verde dos compactados Tabela 4.2 -Composição química do pó microparticulado da α-alumina reativa OP10	.53 00
comercial utilizada na preparação dos pós	. 57

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

AMR	Divisão de Materiais
CAPES	Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
IAE	Instituto de Aeronáutica e Espaço
CTE	Centro de Tecnologias Especiais
DRX	Difração de raios X
MEV	Microscópio eletrônico de varredura
LAS	Laboratório Associado de Sensores e Materiais
INPE	Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais
JCPDS	Joint Committee on Powder Diffraction Standards
SUCERA	Ciência em Engenharia de Superfícies e Cerâmicas Micro e Nanoestruturadas
TZP	Zircônia Tetragonal Policristalina (Tetragonal Zirconia Polycrystal)
DCTA	Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial

# LISTA DE SÍMBOLOS

heta	Ângulo de inclinação da pirâmide Vickers	136°
f	Avanço	mm/ rot
Р	Carga aplicada	N
Р	Carga aplicada pelo penetrador Vickers	kgf
Lc	Comprimento de corte	т
Lf	Comprimento final	mm
Li	Comprimento inicial	mm
<u>a</u>	Comprimento médio da diagonal da impressão	mm
ρ	Densidade teórica	$g/cm^3$
$V_{\scriptscriptstyle B}$	Desgaste de flanco	mm
HV	Dureza Vickers	$kgf / mm^2$
$^{\circ}C$	Graus Celsius	-
h	Hora	-
$W_1$	Massa da amostra seca	8
$W_{A}$	Massa do $ZrO_2$	8
$ ho_{\scriptscriptstyle S{ m int}}$	Massa específica das amostras sinterizadas	$g/cm^3$
$ ho_{\scriptscriptstyle A}$	Massa específica do $ZrO_2$	$g/cm^3$
$W_T$	Massa teórica da mistura	8
MPa	Megapascal	-
С	Metade do comprimento da trinca provocada pela indentação	mm
μm	Micrometro	$10^{-6} m$
nm	Nanômetro	$10^{-9} m$
п	Número de rotações por minuto	rpm
$a_p$	Profundidade de corte	mm
$\Delta L$	Retração linear	%
$K_{IC}$	Tenacidade à fratura	$MPa \cdot m^{1/2}$
Vc	Velocidade de corte	$m/\min$
$V_T$	Volume teórico da mistura	$cm^3$

# SUMÁRIO

Pág.

INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1	5
<b>COMPÓSITOS CERÂMICOS DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAL 1.1 Cerâmicas de alumina</b>	[ <b>S</b> 5 6
1.2 Cerâmicas de zircônia com tenacidade à fratura alta	7
1.3 Ceramicas de alumina-zirconia para aplicações estruturais	9
	17
USINA CEM DE MATEDIAIS	17
2 1 Materiais para ferramentas de corte	, <b>17</b>
2.2 Torneamento	. 20
2.3 Velocidade de corte	. 20
2.4 Influência da temperatura na usinagem	. 21
2.5 Usinagem sem refrigeração	. 21
2.6 Geometria da cunha de corte	. 22
2.7 Máquinas operatrizes para uso de ferramentas cerâmicas de corte	. 25
2.8 Resistência ao desgaste mecânico	. 26
2.9 Ensaio de usinabilidade	. 30
	. 31
CAPITULO 3	, 33
PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL	. 33
3.1 Materiais	. 33
3.2 Procedimento experimental	. 34
CAPÍTULO 4	. 49
RESULTADOS E DISCUSSÕES	. 49
4.1 Alumina	. 49
4.2 Zircônia parcialmente estabilizada com ítria	. 51
4.3 Caracterização dos compactados das misturas dos pós de alumina e de zircônia	. 53
4.4 Caracterização das cerâmicas sinterizadas	. 53
4.5 Analise das fases cristalinas	. 54
4.0 Analise das inicioestituturas	56
4.8 Ferramentas cerâmicas desenvolvidas	57
4.9 Análise da topografia das ferramentas após a lapidação	.58
4.10 Resultados dos testes de usinagem	. 60
CAPÍTULO 5	, 65
CONCLUSÕES	. 65
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	. 69

## **INTRODUÇÃO**

Nas últimas décadas, os materiais cerâmicos estão mudando o conceito das engenharias, ou seja, a cada dia buscam-se materiais que possam atender às necessidades decorrentes dos avanços tecnológicos. Estes avanços estão presentes na maior parte do setor produtivo, sendo mais evidentes nas indústrias de aeronáutica, aeroespacial, nuclear, biomédica, petroquímica e automotiva. Devido ao seu caráter estratégico, essas indústrias apresentam custo alto em seus processos de fabricação, sendo necessário o desenvolvimento de pesquisas que visam suprir essa deficiência. Nessa direção segue o desenvolvimento dos materiais cerâmicos que são largamente utilizados como componentes estruturais por essas indústrias em substituição dos metais. Os materiais cerâmicos surgem como promissores para aplicações inéditas, e são testados em vários seguimentos, devido a suas versatilidade e características inigualáveis. Os constantes desafios nas pesquisas por produtos que possam substituir os materiais tradicionais pelas cerâmicas e a procura em conciliar as vantagens técnicas das cerâmicas ao aspecto financeiro que envolve o custo - beneficio desses desenvolvimentos, é sem dúvida a solução para o futuro industrial [1-4].

As cerâmicas à base de alumina e de zircônia, sinterizadas com parâmetros adequados de processo, apresentam densidades altas e microestruturas controladas, tornando-as qualificadas para garantir um alto desempenho mecânico e promover redução de custo importante nos processos onde são utilizadas. As cerâmicas de alumina alfa ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) densas e policristalinas destacam-se em função da combinação de suas propriedades de resistência ao desgaste alta, além de resistência à corrosão e resistência mecânica à compressão altas. A zircônia na sua forma pura não é indicada para utilização como material cerâmico estrutural em razão das transformações de fases cristalinas que ocorrem ao ser submetida a ciclos de aquecimento e resfriamento. A adição de óxidos que formam uma solução sólida com a zircônia, como o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, entre outros, podem estabilizar a sua estrutura cristalina. Desta forma as cerâmicas à base de alumina com adições de zircônia podem ser projetadas para otimizar as suas propriedades estruturais. Entre vários segmentos de utilização desta cerâmicas, conhecidas como compósitos cerâmicos de alumina-zircônia, pode se destacar o campo de aplicação tribológica [5].

Um dos ramos mais importantes da tribologia é o processo de fabricação por usinagem que envolve um custo alto. A usinagem é considerada um dos processos de fabricação mais importantes da indústria mecânica. Trata-se de um processo cuja otimização de seus parâmetros é muito complexa, pois envolve muitas variáveis [6].

É de suma importância o estudo da tendência atual da evolução da qualidade das ferramentas utilizadas em usinagem, impulsionada basicamente pelas necessidades de aumento da velocidade, novas ligas de materiais a serem usinadas, redução de custos e aumento da produção. Como exemplo desta evolução da qualidade das ferramentas pode-se citar as cerâmicas de corte, que vêm alcançando uma grande importância nos últimos anos na área de usinagem com geometria de corte definida. Mesmo com todos os avanços, a usinagem com ferramentas cerâmicas ainda é um grande desafio, devido à fragilidade inerente desse material [7-8].

Não é tarefa fácil associar e reunir em uma cerâmica as principais propriedades pertinentes a uma ferramenta de corte como: resistência ao desgaste, dureza alta, resistência ao impacto e tenacidade à fratura alta. Mesmo sendo esses um grande desafio, desenvolvimentos recentes tem resultado em um aumento da utilização de ferramentas cerâmicas, ocupando cerca de 8 % do mercado total de ferramentas de usinagem. Isto se deve principalmente às necessidades de aplicações em velocidades altas (>300 m/min.), ao não uso de fluidos de corte e à redução de custo [9-11].

Esse trabalho tem como objetivo o desenvolvimento e a caracterização de ferramentas de compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3 - 3Y-ZrO_2$  e o estudo de seu comportamento no torneamento do ferro fundido cinzento. Para a confecção dos compósitos cerâmicos serão selecionadas duas composições contendo: i) 81.5 % (em peso) de  $Al_2O_3$  e 18,5%  $3Y-ZrO_2$  (zircônia tetragonal estabilizada com 3 %, em mol, de  $Y_2O_3$ ) e ii) 70 % (em peso) de  $3Y-ZrO_2$  e 30 % (em peso) de  $Al_2O_3$ . As cerâmicas serão sinterizadas em 1600 °C, caracterizadas e preparadas na forma de insertos para ferramentas de corte de acordo com norma ISO 1832. Estes insertos serão submetidos aos testes de usinagem por torneamento do ferro fundido cinzento (GG20).

Parte dos objetivos deste trabalho é investigar estas cerâmicas para embasar um desenvolvimento futuro de ferramentas de corte, que possam ser aplicadas aos processos de manufatura de componentes de satélites, que permitam uma garantia de qualidade de acabamento com significativa redução dos custos de usinagem.

## **CAPÍTULO 1**

## COMPÓSITOS CERÂMICOS DE Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

Duas das principais características que diferenciam os materiais cerâmicos das outras classes de materiais são sua temperatura de fusão alta (com exceção da maioria dos vidros) e sua dureza elevada. Essas características são uma conseqüência direta das ligações químicas primárias de caráter iônico-covalente estabelecidas entre os átomos que constituem os materiais cerâmicos. Por serem muito fortes e direcionais, essas ligações químicas requerem temperaturas elevadas para serem rompidas e dificulta o deslocamento relativo entre átomos vizinhos, reduzidos drasticamente sua capacidade de deformação [12].

Os materiais cerâmicos são relativamente limitados em termos das suas aplicações devido as suas propriedades mecânicas, as quais, em muitos aspectos, são inferiores àquelas exibidas por outros materiais, a exemplo, os metais. A principal desvantagem é a disposição à fratura catastrófica característica de materiais frágeis com absorção de energia muito pequena [12].

O processo de fratura frágil consiste na formação e na propagação de trincas através da seção transversal do material em uma direção perpendicular à carga aplicada. O crescimento da trinca em cerâmicas cristalinas se dá ou de forma intragranular (através dos grãos), ou intergranular (entre os grãos ou via contornos de grão) e ao longo de planos cristalográficos específicos com densidade atômica alta (por clivagem) [11].

Embora sejam as principais justificativas para a utilização dos materiais cerâmicos, as temperaturas de fusão elevadas (refratariedade alta) e a dureza alta impedem, na maioria das vezes, que peças de cerâmicas policristalinas sejam produzidas de maneira economicamente viável, pelo uso das técnicas convencionais de processamento aplicadas aos produtos poliméricos e metálicos.

Em virtude disso, as cerâmicas são produzidas pelo uso de a uma rota alternativa de processamento, na qual a peça é conformada a partir de sistemas particulados (pós). Essa rota baseia-se na idéia de que o formato final desejado para a peça cerâmica pode ser obtido através da movimentação e organização espacial de partículas. Nesse contexto, diversas técnicas podem ser empregadas para conformar os pós cerâmicos. Uma técnica tradicional parte da seleção da matéria prima seguida da conformação, secagem e, uma vez obtido o formato desejado, o compacto de pós é submetido a temperaturas altas (porém inferiores à temperatura de fusão do material) com o intuito de estabelecer ligações mais fortes entre as partículas do pó compactado. Tais ligações são originadas devido à ação de dos diversos mecanismos de transporte de massa em nível atômico que caracterizam o processo de sinterização. Essas são de uma forma genérica, as etapas envolvidas na obtenção de uma cerâmica sinterizada [13].

#### 1.1 Cerâmicas de alumina

O óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) é provavelmente o mais estudado entre todos os materiais cerâmicos para aplicações como cerâmicas estruturais. Este material, também chamado de alumina, apresenta uma série de propriedades superiores a maioria dos materiais cerâmicos, tais como: dureza alta, resistência ao desgaste alto, estabilidades química e térmicas excelentes [14-16].

Estas propriedades permitem a utilização da alumina como material abrasivo, revestimento de fornos, componentes para implantes ortopédicos e odontológicos, pedras preciosas e aplicações nas áreas espaciais e aeroespaciais [17].

A estrutura cristalina da alumina  $\alpha$  é a forma termodinamicamente estável da alumina em temperaturas até próximas de sua fusão. Ela apresenta uma estrutura cristalina romboédrica compreendendo uma rede hexagonal de empacotamento onde os íons Al<sup>3+</sup> estão ordenados simetricamente em dois terços dos interstícios octaedrais [16].

A ocorrência do óxido de alumínio  $\alpha$  a, na natureza é pequena. Portanto, a alumina  $\alpha$  é obtida artificialmente a partir de hidróxidos de alumínio contido em minérios, utilizando vários processos, sendo que o mais usado é o processo Bayer [18-19].

#### 1.2 Cerâmicas de zircônia com tenacidade à fratura alta

A zircônia ou óxido de zircônio (ZrO<sub>2</sub>), é um material cerâmico com características que permitem um grande número de aplicações inovadoras. Desde a metade do século 20 a zircônia tem sido objeto de pesquisas e desenvolvimentos tecnológicos principalmente visando suas compreender e utilizar as suas características como cerâmicas estruturais e tribológicas, condutora iônica em temperaturas altas, biocompatibilidade e como suporte para catalizadores. Suas principais propriedades são ponto de fusão alto (2700 °C), resistência à corrosão, condutividade térmica baixa, altos valores de propriedades mecânicas (resistência à fratura, dureza, tenacidade à fratura, resistência ao choque térmico), índice de refração alto e condutividade iônica no estado sólido e em temperaturas altas [20-32].

Na estrutura da zircônia ( $ZrO_2$ ), a retenção da fase tetragonal metaestável e sua conseqüente transformação para a fase monoclínica são consideradas responsáveis pelo o aumento da tenacidade à fratura desta cerâmica, o que a torna uma excelente candidata às aplicações estruturais e tribóligicas. A zircônia pura apresenta três tipos de fases cristalinas polimórficas, cujas transformações são dadas por [20, 21, 22, 28,31-32]:

Monoclínica (m) 
$$\xrightarrow{1.170^{\circ} \text{ C}}$$
 Tetragonal (t)  $\xrightarrow{2.370^{\circ} \text{ C}}$  Cúbica (c)

A transformação da fase cristalina tetragonal, que é termodinamicamente metaestável, para a monoclínica envolve uma expansão volumétrica anisotrópica (de 3 a 5 %), devido ao aumento abrupto nos parâmetros de rede da célula unitária da estrutura tetragonal (t) para a monoclínica (m), durante o resfriamento. Em cerâmicas de zircônia pura, esta variação de volume associada à transformação de fase cristalina t  $\rightarrow$  m, gera microtrincas ao redor da partícula transformada resultando na fragilização do corpo cerâmico sinterizado. A estabilização da fase cristalina metaestável tetragonal é alcançada pela adição à zircônia de óxidos estabilizantes desta estrutura. Os óxidos mais utilizados para esta função são a ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e a céria (CeO<sub>2</sub>) [20, 21,22,28,31-32].

Nas cerâmicas policristalinas de zircônia tetragonal, o aumento dos valores de tensão de ruptura, dureza e de tenacidade à fratura é atingido pela retenção da fase tetragonal metaestável e sua conseqüente transformação para a fase monoclínica durante a aplicação de carregamento mecânico externo. Este mecanismo é conhecido como

transformação da fase cristalina tetragonal para monoclínica induzida por tensão mecânica [18,29-30]. Esta transformação pode ser induzida por tensão externa aplicada por dois mecanismos diferentes. No primeiro mecanismo, a ocorrência da transformação t  $\rightarrow$  m está associada ao campo de tensões de tração gerada pela ponta de uma trinca em propagação (Figura 1.1). Estas tensões relaxam o estado de compressão imposto pela matriz às partículas de zircônia tetragonal e, a partir de um valor crítico, a tensão de tração atuando sobre o grão de fase tetragonal irá favorecer a sua transformação para a fase monoclínica. A expansão volumétrica e a deformação cisalhante desenvolvida durante esta transformação t  $\rightarrow$  m provocam uma deformação compressiva na matriz da cerâmica. Como estes fenômenos ocorrem associados à trinca em propagação, uma energia extra é requerida para a trinca continua a sua propagação através da microestrutura cerâmica. Esta energia extra contribui para um aumento da tenacidade à fratura e da tensão de ruptura da cerâmica [22,31-32].



FIGURA 1.1 - Representação esquemática do campo de tensões de compressão resultante do avanço de uma trinca em uma cerâmica contendo zircônia e a consequente transformação t → m de grãos na sua microestutura. Fonte: [29]

O outro mecanismo de aumento da resistência mecânica destas cerâmicas está associado à geração de microtrincas, durante a transformação de fases tetragonal  $\rightarrow$  monoclínica, na matriz cerâmica ao redor dos grãos de zircônia (Figura 1.2). Estas

microtrincas ocorrem devido ao surgimento de tensões tangenciais na interface matrizprecipitado de zircônia transformada e apresenta a capacidade de absorver parte da energia associada a uma trinca em propagação, dificultando assim o avanço da mesma [29]. De forma a obter uma tenacidade à fratura máxima, a fração volumétrica dos grãos de zircônia tetragonal deve ser otimizada. Isto porque, a tenacidade irá aumentar com a fração volumétrica até atingir-se um valor máximo, acima do qual as microtrincas geradas pelos grãos de zircônia irão interagir umas com as outras resultando em um decréscimo na resistência mecânica. A fração volumétrica máxima para a ocorrência do aumento da tenacidade, conforme cálculos termodinâmicos situa-se em torno de 0,3 % em volume [31,32].



FIGURA 1.2 - Efeito da formação de microtrincas ao redor de uma partícula de zircônia monoclínica devido à mudança de estrutura cristalina para tetragonal. Fonte: [30]

#### 1.3 Cerâmicas de alumina-zircônia para aplicações estruturais

A alumina é um material cerâmico muito utilizado em Engenharia, devido as suas propriedades térmicas, e químicas excelentes. Porém, o seu uso como cerâmica estrutural é limitado pela sua tenacidade à fratura pequena (2 a 4 MPa). Uma das soluções utilizadas para o aumento de sua tenacidade desta cerâmica é a incorporação de uma segunda fase cristalina dispersa na matriz da alumina, formando um compósito

cerâmico. Nas cerâmicas tenazes de alumina-zirconia (*Zirconia toughened alumina* – ZTA), a tenacidade do compósito é aumentada pela adição de zircônia tetragonal policristalina à alumina  $\alpha$ , formando um compósito do tipo cerâmica-cerâmica. No sistema alumina-zircônia, a alumina é a matriz e a zircônia é a fase precipitada que promove o aumento da resistência à fratura, da tenacidade à fratura e da dureza da cerâmica [28,32].

Nos compósitos de alumina-zircônia reais (Figura 1.3), com grãos de tamanhos na escala micrométrica de zircônia tetragonal homogeneamente dispersos na matriz de alumina, os mecanismos de aumento da tenacidade à fratura são semelhantes aos mostrados nas Figuras 1.1 e 1.2.



FIGURA 1.3 - Efeito da presença de grãos de zircônia em matriz de cerâmica alumina densa, na região próxima de uma trinca. Fonte: [30]

Os componentes fabricados com compósitos cerâmicos do tipo ZTA têm apresentado melhorias consideráveis nos valores de tensão de ruptura, de dureza e de tenacidade à fratura em relação às cerâmicas de alumina. Isto é atribuído ao mecanismo de tenacificação decorrente da transformação de fases cristalinas t  $\rightarrow$  m induzida por tensão externa aplicada. Este comportamento é promovido pela adição de quantidades pré-determinadas de partículas de zircônia tetragonal dispersadas na matriz de alumina
(adições geralmente entre 10% e 20%), em peso para a cerâmica de alumina com zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria - Y-TZP). Com a propagação de trincas no corpo cerâmico, a estrutura cristalina das partículas de zircônia na região próxima da ponta de trinca transforma da fase tetragonal metaestável para fase monoclínica estável (Figuras 1.1 e 1.3). Esta transformação aumenta o volume dos grãos de zircônia em aproximadamente 3 a 5 % resultando na ocorrência de tensões de compressão na matriz de alumina. Estas tensões atuam como barreiras energéticas que dificultam, ou mesmo impedem. um posterior crescimento e propagação de trincas na matriz da cerâmica de alumina. Nos compósitos cerâmicos de alumina - 3Y-TZP, a adição de zircônia na matriz de alumina aumenta o valor da tenacidade à fratura por duas vezes e pode ser melhorado para até quatro vezes. Os compósitos cerâmicos de ZTA são mais caros do que as cerâmicas de alumina, porém a vida útil e desempenho mecânico dos componentes justificam este aumento de custo [28,32].

# 1.4 Processamento de cerâmicas estruturais densas

## 1.4.1 As características do pó precursor

A microestrutura desenvolvida durante a sinterização da cerâmica e as propriedades mecânicas como resistência à ruptura, dureza e tenacidade à fratura dependem das características do pó precursor. As principais características deste pó são: a forma, o tamanho e a distribuição de tamanhos de partículas, o estado de aglomeração/agregação destas partículas, a quantidade relativa de aglomerados e de agregados, a composição química e de fases cristalinas. Desta forma, é de importância fundamental conhecer estas características do pó precursor para se definir o processo de conformação e de sinterização da cerâmica [1,2].

Para a obtenção de uma cerâmica sinterizada densa, é necessário que o pó possua uma distribuição de tamanhos de partículas adequada para uma adequada compactabilidade, ou seja, para que se obtenha o maior número de contatos entre as partículas. Estes contatos são de fundamental importância na sinterização via estado sólido [33].

## 1.4.2 Mistura dos pós

A mistura mecânica dos pós é a forma mais simples e comum de se homogeneizar pós cerâmicos multicomponentes. A mistura mecânica a úmido é a foram mais eficiente neste tipo de processo. Geralmente é realizada em moinho de bolas e, portanto, os pós podem ser desaglomerados e até desagregados, resultando em uma distribuição de tamanhos de partículas diferente daquela relativa à apenas a mistura dos pós percussores. O tamanho e a forma dos aglomerados e/ou agregados presentes nos pós precursores influencia os graus de homogeneidade química e física da mistura. Nesta etapa do processamento são adicionados à mistura de pós os aditivos que atuam como agentes aglomerantes e lubrificantes interpartículas. Estes aditivos utilizados com os objetivos de minimizar os gradientes de compactação do pó e de aumentar a resistência mecânica a verde após a conformação do corpo cerâmico [34].

## 1.4.3 Conformação das cerâmicas a verde

O processo de compactação dos pós é uma etapa muito importante e consiste na prensagem do pó em um molde, originando um corpo no formato desejado e com resistência mecânica suficiente para o manuseio. É necessário que a compactação seja adequada, para minimizar os gradientes de densidade, devido às próprias características do processo e ao estado de aglomeração/agregação dos pós. A compactação é necessária para se colocar as partículas do pó tão próximas quanto possível, criando o maior número possível de contatos partícula-partícula para promover a difusão de matéria para estes contatos e assim maximizar a taxa de densificação na etapa de sinterização. Pressões de compactação pequenas fazem com que o corpo cerâmico não atinja a densidade final prevista, sendo que pressões em excesso podem introduzir defeitos na microestrutura, como falhas de empacotamento de partículas (regiões mais densas e regiões menos densas), como resultado da não homogeneidade na distribuição de tensões [1, 3, 12].

A forma de aplicação de carga sobre o pó define a técnica a ser utilizada no processo de compactação, também chamado de prensagem [1]. A prensagem pode ser:

1) **uniaxial:** quando a carga é aplicada em um único eixo sobre uma matriz contendo o pó cerâmico. Esta técnica pode ser executada por matriz com única ação de pistão, ou por dupla ação dos pistões. A prensagem uniaxial possui as vantagens de um controle dimensional mais eficiente já que as paredes da matriz são fixas. Para resultados mais satisfatórios de massa específica a verde, pode-se incorporar lubrificantes aos pós, minimizando os efeitos do atrito entre as partículas e as paredes da matriz.

2) isostática: quando a carga é distribuída de maneira uniforme na matriz. Nesta técnica o corpo cerâmico é inserido em uma câmara, e o fluido existente neste compartimento transmite pressões uniformes em todas as direções do compacto. Esta técnica fornece melhores resultados de densidade a verde do que as outras técnicas. Desta forma, a utilização da prensagem isostática resulta em um compacto com uniformidade alta.

A utilização de lubrificantes na parte interna do molde reduz o atrito das partículas de pó com as paredes da matriz, diminuindo perdas de energia de compactação e facilitando a ejeção do corpo cerâmico [1].

#### 1.4.4 Sinterização das cerâmicas

A sinterização é uma etapa do processamento cerâmico na qual o corpo compactado é submetido a um tratamento térmico, cuja temperatura e tempo variam de acordo com os componentes do pó inicial e dos processamentos anteriores a esta etapa.

Na sinterização as partículas do corpo compactado se ligam formando uma estrutura sólida. Para a obtenção de cerâmicas estruturais de alumina-zircônia é utilizada a sinterização no estado sólido. Neste tipo de sinterização a formação de contornos de grãos e o crescimento de pescoços de união interpartículas ocorrem por mecanismos de transporte de matéria, normalmente processos de difusão atômica ativados termicamente, em temperaturas abaixo do ponto de fusão. Esse transporte de matéria conduz o sistema à densificação e à contração volumétrica, preenchendo a região de contato interpartículas (poros) (Figura 1.4). A força motriz é conseguida pela diminuição da energia superficial total, devido ao contato e crescimento dos grãos. Os

átomos dos grãos pequenos são transferidos para os maiores, preenchendo os vazios existentes [1, 3, 12, 33].

A sinterização via estado sólido ocorre em 3 estágios [33].:

- a) Estágio inicial: caracterizado pela formação de contatos interpartículas, desde a compactação seguida pela formação e crescimento de pescoços, até o ponto onde eles começam a interferir entre si;
- b) Estágio intermediário: caracterizado pela densificação do compacto e pelo decréscimo dos diâmetros dos poros interligados e
- c) Estágio final: caracterizado pelo isolamento e eliminação gradual dos poros residuais.

A Figura 1.4 mostra, esquematicamente, a diminuição da porosidade durante o processo de sinterização no estado sólido, durante os três estágios, considerando um modelo composto por de quatro partículas esféricas [35].



FIGURA 1.4 - Variação da porosidade durante o processo de sinterização no estado sólido. ( $\Delta L = Lo - L_f$  é a contração linear, sendo Lo o comprimento inicial e L<sub>f</sub> o comprimento final). Fonte: [35]

Os caminhos de transportes de massa responsáveis pela sinterização devem incluir: difusão volumétrica, difusão através do contorno de grãos, evaporação /

condensação ou qualquer combinação deles. Do ponto de vista termodinâmico, os processos superficiais de transporte de matéria são os responsáveis principais pela redução da energia superficial do sistema, induzindo assim a sinterização das partículas. Na consideração dos mecanismos de transporte durante a sinterização devem-se incluir também as fontes e os sumidouros de massa [33].

Os mecanismos de transporte de material durante a sinterização consideram as possíveis fontes, caminhos e sumidouros de material. A Figura 1.5 mostra os seis possíveis mecanismos para transporte de massa, durante a sinterização em fase sólida usando um modelo de duas esferas. Verifica-se que todos os mecanismos conduzem ao crescimento de um pescoço entre as esferas. No entanto, somente os mecanismos 4, 5 e 6 resultam na densificação, pois o material não é originário da superfície. Os mecanismos 1, 2 e 3 contribuem para a formação do pescoço entre as partículas cristalinas em contato, não contribuindo, todavia, para a densificação. Por outro lado, no mecanismo de difusão através do contorno de grão, a massa origina-se no próprio contorno e acaba por se depositar na interseção do contorno de grão com a superfície de pescoco. Para que o processo continue, é necessário que se mantenha o gradiente de concentração positiva. Isto somente será possível através de uma redistribuição superficial da massa que chega à interseção do contorno de grão com a superfície do pescoço. Portanto, o mecanismo de difusão através do contorno de grão dá-se em dois estágios consecutivos: difusão de material através do contorno de grão, seguido de uma redistribuição superficial [33].



FIGURA 1.5 - Camin

tivada no processo de

sinterização

Fonte: [35]

Tabela 1.1 - Mecanismos que atuam	no crescimento do	pescoço [33].
-----------------------------------	-------------------	---------------

Mecanismo	Caminho de Transporte	Fonte de massa	Sumidouro	
1	Difusão pela Superfície	Superfície	Pescoço	
2	Difusão pela rede	Superfície	Pescoço	
3	Difusão por Evaporação-Condensação	Superfície	Pescoço	
4	Difusão por Contorno de grão	Contorno de Grão	Pescoço	
5	Difusão pela rede	Contorno de Grão	Pescoço	
6	Difusão pela rede	Discordâncias	Pescoço	

# **CAPÍTULO 2**

# **USINAGEM DE MATERIAIS**

O estudo da usinagem de materiais é baseado nas propriedades mecânicas (atrito, deformação), na termodinâmica (calor) e nas características físicas, químicas e mecânicas dos materiais envolvidos [36].

A definição de usinagem aplica-se a todos os processos de fabricação onde ocorre a remoção do material, na forma de cavacos, por uma determinada ferramenta. O cavaco, por sua vez, compreende a porção de material removida da peça pela ferramenta, caracterizando-se por apresentar forma irregular [37].

A usinabilidade não é uma propriedade intrínseca do material, mas sim o resultado da interação do material a ser usinado com a ferramenta durante a operação de usinagem. Os parâmetros de usinagem são estabelecidos para cada tipo de material e ferramenta [38].

Os custos envolvidos no processo de usinagem são divididos entre as ferramentas, o equipamento, os fluidos lubrificantes e/ou refrigerantes (quando utilizados), entre outros. As ferramentas de corte são responsáveis por apenas 3 % do custo total de produção e influenciam os custos de usinagem. Dentre as ferramentas de corte destacam-se as ferramentas cerâmicas como sendo uma solução promissora para redução dos custos nos processos de usinagem, principalmente nas indústrias aeronáuticas, aeroespaciais, petroquímica, automobilísticas e outras. Estes processos de usinagem caracterizam-se por apresentarem custos altos, quando aplicados aos materiais resistentes ao calor, como: ligas à base de níquel, aços endurecidos, ferros fundidos, compósitos polímero-cerâmica e outros. Mesmo com uma demanda mundial em torno de 8 % do volume total de insertos, observa-se um crescente aumento na utilização das ferramentas cerâmicas nos processos de usinagem [39].

#### 2.1 Materiais para ferramentas de corte

O processo de usinagem utiliza como ferramenta um material mais duro do que aquele da peça. Esta é a operação mais comum entre os processos de fabricação existentes. Baseado no princípio da dureza relativa é óbvio que o surgimento de novos materiais e ligas estruturais com excelentes propriedades de resistência mecânica e elevada dureza contribuiu para o desnvolvimento de materiais de ferramentas mais resistentes para as operações de usinagem. Neste processo, as ferramentas de corte exercem importância fundamental, tanto no aspecto econômico quanto no resultado final da peça (tolerância dimensional e acabamento superficial) [40]. Por outro lado, a usinagem de materiais frágeis ou as operações de cortes interrompidos, requer materiais para ferramentas tenazes o suficiente para suportar os choques e os impactos inerentes a estes processos.

Como dureza e tenacidade à fratura são propriedades mecânicas com comportamentos opostos, ou seja, geralmente valores altos de dureza implicam em valores baixos de tenacidade à fratura. Assim, torna-se necessário um balanço entre estas duas propriedades mecânicas dos materiais para ferramentas, o que resulta em um grande desafio para os fabricantes e pesquisadores de ferramentas de corte. Atualmente, é encontrada no mercado uma infinidade de tipos de ferramentas de corte com valores variados de tenacidade à fratura e de dureza. Essa variedade de ferramentas é obtida pelo uso de composições químicas diferentes, pelo controle dos processos de fabricação, pelos tipos de tratamentos térmicos utilizados para a sua confecção. A Figura 2.1 mostra a relação entre dureza e a tenacidade à fratura dos principais materiais utilizados em ferramentas de corte [41].



FIGURA 2.1 - Relação entre dureza e tenacidade dos principais materiais para ferramentas de corte.

Fonte: [41].

#### 2.1.1 Classificação e aplicação dos materiais cerâmicos como ferramenta de corte

De maneira geral as literaturas relatam que as ferramentas cerâmicas podem ser divididas em várias classes, de acordo com a sua composição. Tradicionalmente, podese classificar as ferramentas cerâmicas como segue [38]:

### a) Ferramentas à base de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

As ferramentas á base de alumina são conhecidas como cerâmicas com quantidade alta de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Esta ferramentas também chamadas de cerâmicas brancas, pois quando compactadas por prensagem a frio apresentam esta cor. Além disto, são consideradas as cerâmicas tradicionais à base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, com ou sem adição de zircônia (ZrO<sub>2</sub>). Esta classe de ferramentas cerâmicas é recomendada para usinagem de ferro fundido.

## b) Cerâmicas à base de nitreto de silício (Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)

Estas cerâmicas são compostas por de  $Si_3N_4$  policristalono com uma fase intergranular de SiO<sub>2</sub>, alumina e/ou ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e óxido de manganês (MgO). Nesta classe de ferramentas de corte, incluem-se os SiAlONs, cujo nome tem origem em sua composição química formada por silício (Si), alumínio (Al), oxigênio (O) e nitrogênio (N). Suas características principais são um pouco diferentes das do Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> puro. A presença do oxigênio faz com que seu comportamento seja intermediário entre as cerâmicas covalentes e as iônicas (à base de óxidos). São indicadas para usinagem de ferro fundido e de ligas de níquel.

## c) Ferramentas à base de cerâmica mista

As cerâmicas mistas possuem composições químicas baseadas matriz de alumina com nitreto de titânio (TiN) como segunda fase. Normalmente essas ferramentas são a primeira opção em torneamento de acabamento de aços endurecidos, uma vez que apresentam propriedades importantes para este fim tais como: resistência mecânica a quente e estabilidade química.

#### d) Cermets

Estes materiais recebem este nome pois contém uma fase cerâmica e uma fase metálica. Os *cermets* são compostos por partículas de dureza alta (cerâmica, geralmente carbeto ou nitreto de titânio, carbeto de molibdênio, carbeto de tungstênio) ligadas por um aglomerante metálico (que pode ser níquel), obtidos por sinterização via fase líquidas. Uma das ferramentas do tipo *cermet* mais conhecidas é a vídia, que é composta de partículas de carbeto de tungstênio (WC) ligadas com cobalto (Co). Os *cermets* possuem valores de resistência ao desgaste, estabilidade química e dureza a quente, intermediários aos do metal duro e das cerâmicas [38]. Estas ferramentas são utilizdas na usinagem de diversos materiais como: ferros fundidos, aços endurecidos, ligas de níquel, etc.

#### 2.2 Torneamento

O torneamento é um dos processos mais importantes de usinagem e pode ser definido como a combinação de dois movimentos: rotação da peça e movimento de avanço da ferramenta. Em algumas aplicações, a peça pode ser estacionária, com a ferramenta girando ao seu redor para cortá-la, mas basicamente o princípio é o mesmo [39]. O torneamento pode ser empregado tanto para as operações de desbaste como para as de acabamento. O torneamento de desbaste tem como objetivo uma taxa de remoção de cavacos alta, enquanto que no acabamento o objetivo é a obtenção de tolerâncias dimensionais, da forma e da qualidade da superfície da peça. A flexibilidade deste processo permite garantir uma produção econômica de peças singulares, pequenas séries ou produção em massa. Em tornos automáticos e comandados numericamente, pode-se ter várias ferramentas simultaneamente em ação durante o processo, o que permite reduzir consideravelmente o tempo de fabricação e aumentar a produtividade [42].

## 2.3 Velocidade de corte

O meio para determinar ou comparar a rapidez dos movimentos durante o torneamento é a velocidade de corte (Vc). A velocidade é o espaço percorrido pela ferramenta (em metros) durante o corte de um material qualquer em um determinado espaço de tempo (em minutos ou segundos) e pode ser definida como um movimento circular relativo entre peça e ferramenta e pode ser dada pela Equação 1 [38].

$$\mathbf{Vt} = \mathbf{Vc} = \frac{\boldsymbol{\pi} \times \mathbf{d} \times \mathbf{n}}{1000}$$
(2.1)

Onde:

Vt = velocidade tangencial (m/min);

Vc = velocidade de Corte (m/min);

d = diâmetro da peça no caso de torneamento (mm) e

n = número de rotações por minuto (rpm).

O denominador 1000 é utilizado para efetuar a transformação do diâmetro de milímetros para metros.

## 2.4 Influência da temperatura na usinagem

Praticamente toda a energia mecânica associada à formação do cavaco se transforma em energia térmica, ou seja, calor. As fontes de geração de calor no processo de usinagem são a deformação e o cisalhamento do cavaco no plano de cisalhamento, o atrito do cavaco com a ferramenta e o atrito da ferramenta com a peça.

A dissipação de calor ocorre através do cavaco, da peça, da ferramenta e do equipamento. A quantidade de calor que é dissipada por cada um dos meios citados depende dos parâmetros utilizados na usinagem e dos materiais da peça e da ferramenta. Apesar de apenas uma pequena parcela do calor gerado ser absorvido pela ferramenta, o aumento da temperatura associado com esse calor é muito significativo. Este calor precisa ser controlado para evitar o comprometimento da resistência mecânica da ferramenta. Entretanto, a falta de controle do calor gerado no processo de usinagem pode influenciar a vida da ferramenta (dilatação térmica) e, conseqüentemente, na relação custo-benefício do processo [40].

## 2.5 Usinagem sem refrigeração

Recentemente, vários trabalhos têm sido publicados em relação à necessidade de restringir, na medida do possível, o uso dos fluidos refrigerantes em razão do custo operacional alto, problemas ambientais, danos à saúde humana e exigência legal a respeito [43]. A proteção ao meio ambiente vem assumindo uma importância crescente em relação às técnicas de fabricação. Por exemplo, os fluidos de corte necessários para a

usinagem convencional recebem aditivos como o cloro, o enxofre e o fósforo, que são nocivos ao meio ambiente.

O atendimento às normas da série ISO 14000 (Gerenciamento Ambiental), isto é, o controle rigoroso da produção sem causar danos ao meio ambiente e a garantia de segurança, resulta no aumento dos custos, podendo chegar a 17 % dos custos da produção [44]. As vantagens da usinagem a seco são o custo menor, o meio ambiente saudável, uma segurança melhor do trabalhador, a proteção contra efeitos químicos, a isenção de sistema de bombeamento, a isenção de coleta e de filtração, a não necessidade de armazenamento, etc. As ferramentas cerâmicas apresentam o potencial para atender às recomendações da norma ISO 14000. A necessidade imposta pela norma e os avanços recentes nos desenvolvimentos de materiais cerâmicos para ferramentas de corte são os caminhos mais promissores para popularização destas. A sua conseqüente aplicação nas fábricas deve resultar em ganhos significativos na produtividade e na proteção do meio ambientes (chamadas de ferramentas saudáveis) [45].

## 2.6 Geometria da cunha de corte

As ferramentas de usinagem apresentam, geralmente, as seguintes partes construtivas:

- a) Parte de corte: é a parte ativa da ferramenta, constituída pelas cunhas de corte. A parte ativa da ferramenta é fixada sobre um suporte ou cabo da ferramenta, para se realizar a sua construção, afiação, reparo e controle do trabalho. Portanto, pode-se ter uma superfície de apoio (Figura 2.2) ou a ferramenta poderá ser fixada pelo seu eixo.
- b) Cunha de corte: é a cunha da ferramenta, formada pela intersecção das superfícies de saída e de folga (Figura 2.3).
- c) Superfície de saída  $(A_{\gamma})$ : é a superfície da cunha de corte sobre a qual o cavaco é formado e escoa durante sua saída da região de corte.

d) Superfície de folga (A<sub>α</sub>); é a superfície da cunha de corte da ferramenta que contém sua aresta principal de corte e que defronta com a superfície em usinagem principal. (Figura 2.3).

A escolha da geometria de corte das ferramentas depende principalmente das propriedades do material a ser usinado e do material da ferramenta. As ferramentas cerâmicas apresentam comportamentos frágeis nas arestas de corte, podendo ocorrer lascas ou fraturas sendo então recomendada a utilização de canto chanfrado com inclinação negativa. As recomendações citadas acima também incluem uma análise detalhada das geometrias das ferramentas cerâmicas.

Além da geometria das ferramentas, outros detalhes geométricos são importantes, e devem ser considerados como fundamentais para o entendimento do desenvolvimento desse trabalho:



FIGURA 2.2 - Desenho esquemático mostrando a cunha de corte de uma ferramenta de torneamento.



- FIGURA 2.3 Arestas de corte e superfícies da região de corte de uma ferramenta de torneamento. Fonte:[38]
- a) Variação da inclinação na superfície de folga Quanto maior for o ângulo de inclinação, maior será o volume de material removido da ferramenta para o mesmo valor medido do desgaste de flanco. Este aumento é limitado pelo conseqüente enfraquecimento da cunha corte.
- b) Variação do ângulo da superfície de saída O aumento deste ângulo diminui a pressão e a temperatura de corte, prolongando a vida da ferramenta. No entanto, este acréscimo diminui a resistência da cunha de corte.
- c) Variação do ângulo da aresta principal de corte Quanto menor for este ângulo, maior será o contato da aresta com o material de trabalho, proporcionando uma distribuição melhor da temperatura de corte, resultando em uma dissipação do calor mais eficiente.
- d) Variação do ângulo da aresta secundária de corte Quando este ângulo é muito pequeno proporciona o contato completo desta aresta com a superfície usinada, concentrando o calor nos resíduos de corte que prejudicam o acabamento da peça.

e) Raio de ponta – É o raio de concordância entre as arestas principal e secundaria. O seu aumento proporciona a diminuição da pressão de corte melhorando o acabamento, pela diminuição da rugosidade superficial da peça usinada. Porém este aumento é limitado, pois pode prejudicar o acabamento da peça usinada [38,40].

## 2.7 Máquinas operatrizes para uso de ferramentas cerâmicas de corte

Para utilização de ferramentas cerâmicas de corte são recomendadas máquinas operatrizes que ofereçam condições de rigidez e de potência, que permitam operações em velocidades altas sem comprometer a qualidade do processo. Portanto, as máquinas operatrizes indicadas para utilização de ferramentas cerâmicas são as que possuem comando numérico de controle (CNC). Desta forma, em processos de usinagem por torneamento, o torno universal mecânico é descartado, pois embora possua versatilidade alta não oferece grandes possibilidades de fabricação em série. O uso de ferramentas cerâmicas não é recomendado nesse tipo de equipamento, considerando ser um processo de operação manual, o que pode ocasionar impacto da ferramenta contra a peça a ser usinada, causando falhas catastróficas da referida ferramenta.

Para uso de ferramentas cerâmicas para usinagem é indicado o torno automático com comando numérico. Esses equipamentos possuem versatilidade, qualidade (precisão e acabamento) e facilidade que propiciam a busca de soluções de problemas complexos relacionados ao processo de usinagem, minimizando a necessidade da adoção de equipamentos ou dispositivos especiais.

O CNC é um dispositivo eletrônico capaz de receber informações por meio de uma entrada própria de dados, de processar essas informações e de transmiti-las em forma de um comando para a máquina operativa, permitindo a realização das operações na sequência programada, sem a intervenção do operador.

Os tornos automáticos com comando numérico de controle possuem uma capacidade alta de remoção de cavaco e executam todas as operações de torneamento possíveis (tornear, rosquear, frezar, etc.). São máquinas com grau de precisão e de repetitibilidade altos e permitem o uso de insertos cerâmicos com rendimento alto [46].

#### 2.8 Resistência ao desgaste mecânico

Apesar de muitos anteriormente trabalhos realizados sobre este assunto, a quantificação dos fenômenos de desgaste ainda é um desafio. As principais propriedades mecânicas que estão normalmente relacionadas com a resistência ao desgaste mecânico são a tenacidade à fratura e a dureza [47]. Assim, a dureza alta em combinação com a tenacidade à fratura alta e a geometria da ferramenta, podem influenciar a formação de cavacos irregulares, que são considerados os fatores que mais atuam no aumento de resistência mecânica ao desgaste das ferramentas de corte.

O comportamento mecânico das ferramentas de corte com relação à dureza em função da temperatura pode ser observado na Figura 2.4. Pode ser observado que os materiais cerâmicos, devido a sua dureza alta, apresentam comportamentos superiores aos metais duros, na faixa de temperaturas mostrada na figura.

Observa-se ainda, que as ferramentas de corte de compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3$  -  $ZrO_2$  apresentam os valores de dureza maiores, principalmente quando comparadas aos valores dos materiais metálicos.

A variedade e complexidade dos processos associados ao atrito e ao corte do material a ser usinado exigem que os fatores que controlam o desgaste de ferramentas sejam definidos para cada aplicação específica [48].



FIGURA 2.4 - Comportamento da dureza em função da temperatura de ferramentas de corte de cerâmicas e de metal duro. Fonte: [26]

## 2.8.1 Mecanismos de desgastes nas ferramentas cerâmicas

As principais formas de desgaste em ferramentas cerâmicas na usinagem mecânica são a abrasão e o desgaste químico [46,49]:

a) sob o ponto de vista do desgaste mecânico: a adesão e a abrasão e

**b**) sob o ponto de vista do desgaste químico: a lamelação, a dissolução, a corrosão e a erosão.

O desgaste mecânico por abrasão em materiais cerâmicos ocorre quando, sob cargas de contato elevadas, as partículas abrasivas e/ou a rugosidade superficial alta, geram sulcos de dimensão suficiente para iniciar fissuras, resultando em abrasão por fratura frágil das superfícies. Nos materiais cerâmicos a microestrutura superficial e subsuperficial têm influência na ação abrasiva, principalmente devido à presença de poros, fases intergranulares frágeis ou zonas transformadas [49].

O desgaste por dissolução química é conhecido como desgaste reativo (triboquímico) e ocorre em situações de deslizamento com dissolução e/ou

transformação de um ou mais dos componentes químicos do material cerâmico. As reações triboquímicas afetam a componente mecânica do desgaste, modificando o estado de tensões mecânicas e influenciando, assim, a resposta do material.

Nos materiais cerâmicos covalentes os processos triboquímicos podem ser favoráveis para a preservação da superfície, por passivação, onde as camadas finas oxidadas protegem a ferramenta em relação ao desgaste. Os óxidos de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e de zircônio ( $ZrO_2$ ) são muito utilizados para aplicações tribológicas e são quimicamente inertes em relação ao oxigênio da atmosfera, sendo que os materiais cerâmicos covalente podem reagir com este oxigênio.

As reações triboquímicas podem resultar na formação de um filme cerâmico entre as superfícies, de menor resistência ao corte que os materiais base, que pode atuar como uma película sólida lubrificante. O desgaste dos materiais cerâmicos pode ser descrito como uma seqüência de polimentos e oxidações para cargas e velocidades baixas, ou oxidação, fissuração e lamelação da camada de óxido para cargas e velocidades altas [50].

#### 2.8.2 Desgaste das ferramentas de corte

Durante o processo de usinagem, quando as ferramentas de corte são solicitadas quanto à resistênca à fratura catastrófica ou à deformação plástica em temperaturas altas, os desgastes ocorrem de forma progressiva apresentando-se geralmente em três formas (Figura2.5):

a) Desgaste por cratera (região A): é uma depressão na face de ataque da ferramenta, provocada pelo arrancamento do material devido à passagem do cavaco. O aumento excessivo do desgaste por cratera provoca o enfraquecimento da aresta de corte, podendo romper-se e provocar um acabamento com qualidade menor, além do aumento do consumo de energia do equipamento. Este tipo de desgaste é resultante do atrito do cavaco na superfície de saída da pastilha e a da difusão atômica gerada por temperaturas maiores nessa mesma região.

- b) Desgaste de flanco (região B): é um desgaste linear, formando uma pista de desgaste na face de saída principal da ferramenta de corte. Este tipo de desgaste é provocado pelo contato entre as superfícies da ferramenta e da peça, promovendo um acabamento superficial com qualidade inferior e resultando em peças com tolerâncias diferentes das especificadas. O desgaste de flanco pode ser também provocado por velocidades de corte altas ou pela resistência mecânica baixa ao desgaste da pastilha.
- c) Entalhes na aresta de corte (regiões C e D): ocorrem na aresta principal e auxiliar da ferramenta de corte, nos pontos correspondentes, respectivamente, ao avanço e à profundidade de corte. Este tipo de desgaste induz um desgaste excessivo na superfície lateral de folga, e pode resultar na quebra da ferramenta.



FIGURA 2.5 - Formas de desgaste mecânico de uma ferramenta de corte: desgaste de cratera (região A), desgaste de flanco (região B) e entalhes na aresta de corte (regiões C e D). Fonte: [26]

Na Figura 2.6, podem ser observados os principais tipos de desgaste em uma ferramenta de corte [52]. As medidas desses desgastes são realizadas através de métodos ópticos diretamente ou por meio de seções preparadas metalograficamente.



Figura 2.6 - Secção transversal de uma ferramenta de corte mostrando os vários tipos de desgaste. Fonte: [40]

Os parâmetros importantes que definem a vida da ferramenta são: KT (profundidade máxima de craterização na face de ataque), KM (distância entre a aresta de corte e o centro da cratera de desgaste) e VB (desgaste linear médio na face de saída).

# 2.9 Ensaio de usinabilidade

A usinabilidade está relacionada com a capacidade de usinagem de uma peça por uma determinada ferramenta. A usinabilidade depende da combinação ferramenta-peça a ser usinada e do meio na qual se realiza o processo de usinagem (gasoso, líquido ou sólido) [48].

Os resultados referentes à caracterização de uma operação de usinagem, tais como: as forças de usinagem e desgastes de ferramentas, são difíceis de ser analisadas, devido à quantidade de fatores que influenciam no processo, como a velocidade e a profundidade de corte, o avanço e a geometria da ferramenta, a aresta postiça de corte, combinação dos materiais envolvidos. O número de combinações possíveis de todos estes fatores é muito grande. Por exemplo, as ferramentas de corte para torneamento são submetidas à solicitações diferentes em serviço, que são dependentes das operações diferentes e dos tipos de materiais envolvidos. Na operação de usinagem, as solicitações principais estão associadas ao desgaste, à fadiga térmica, aos choques térmicos e/ou

mecânicos. De uma maneira geral, as ferramentas que apresentam uma resistência mecânica ao desgaste aceitável são geralmente aquelas que possuem uma dureza alta. Por outro lado, estas ferramentas são suscetíveis à ruptura catastrófica, devido à tenacidade à fratura baixa [48].

## 2.10 Ferro fundido cinzento

O ferro fundido cinzento é um dos materiais mais utilizados pelas indústrias automobilística, agrícola e outras, por apresentar propriedades mecânicas excelentes, devido às inclusões de partículas de grafite nas formas de lamelas (com cantos agudos e superfícies lisas). Estas partículas de grafite, também chamadas de grafitas, estão presentes na microestrutura do ferro fundido cinzento na forma de partículas interconectadas e sem uma orientação preferencial, formando uma rede tridimensional quase contínua. As grafitas, por possuírem uma condutividade térmica alta (de aproximadamente 3 a 5 vezes maior que a do ferro), garantem a este tipo de ferro fundido uma boa condutividade térmica. Por outro lado, a forma de orientação da grafita na microestrutura do material, proporciona uma excelente capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas. Esta capacidade de amortecimento de vibrações mecânicas está relacionada ao caminho que as ondas sonoras percorrem ao se propagarem através do ferro fundido, refletindo-se nas superfícies das grafitas e sendo enfraquecidas pela transformação de parte de sua energia em calor. Deste modo, ao mesmo tempo em que se têm as vantagens relacionadas à forma e à orientação das grafitas na matriz, têm-se também desvantagens. Estas desvantagens incluem a redução da resistência mecânica, da ductilidade e da tenacidade à fratura do material causada pelas descontinuidades provocadas, na microestrutura da matriz do ferro fundido, pelos cantos agudos das grafitas, que agem como pontos de concentração de tensões mecânicas e planos de propagação de trincas [53, 54,55].

# **CAPÍTULO 3**

# **PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL**

Neste Capítulo são descritos os materiais utilizados e os procedimentos experimentais adotados durante a execução deste trabalho.

## 3.1 Materiais

Neste item são apresentadas as características principais dos materiais utilizados durante os experimentos (pós precursores), bem como sua identificação e procedência. Os materiais utilizados neste trabalho foram adquiridos comercialmente.

## 3.1.1 Pó de zircônia estabilizada com ítria (3Y-ZrO<sub>2</sub>)

A zircônia policristalina estabilizada com 3 % (em mol) de ítria  $(Y_2O_3)$ , na forma de pó, utilizada foi adquirida da empresa Shandong Zhongshun Sci. & Tech. Devel. Co. Ltd. (China) A Tabela 5.1 mostra as características químicas deste material, fornecidas pelo fabricante.

Componentes	Quantidade máxima (%)	
$ZrO_2 + HfO_2$	94,8	
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,2	
SiO <sub>2</sub>	0,005	
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,02	
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,006	
TiO <sub>2</sub>	0,002	
Cl <sup>-1</sup>	0,005	

TABELA 3.1 - Composição química do pó nanoparticulado de zircônia comercial.

## 3.1.2 Pó de alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

O pó de alumina utilizado neste trabalho foi fornecido pela empresa pela Alcan -Alumínio do Brasil Ltda., cujo código do produto é OP1000. A Tabela 3.2 apresenta as características químicas fornecidas pelo fabricante.

Componentes	Quantidade máxima (%)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	> 99,5%
Na <sub>2</sub> O	0,05%
SiO <sub>2</sub>	0,06%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,03%

TABELA 3.2 - Composição química do pó de alumina reativa OP1000 comercial.

## 3.2 Procedimento experimental

As etapas de caracterização são de suma importância para o desenvolvimento do O fluxograma do procedimento experimental segue as seguintes etapas: caracterização dos pós, processamento cerâmico, caracterização das cerâmicas sinterizadas, preparação das ferramentas de corte e testes de usinagem das ferramentas desenvolvidas, conforme mostrado na Figura 3.1. Para a confecção das cerâmicas foram selecionadas duas composições químicas contendo: (**A**) 81.5 % (em peso) de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 18,5 % (em peso) de 3Y-ZrO<sub>2</sub> e (**B**) 70 % (em peso) de 3Y-ZrO<sub>2</sub> e 30 % (em peso) de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

As misturas mecânicas dos pós de alumina e de zircônia foram realizadas em moinho de força centrífuga da marca Retsch, modelo S 100. Foram utilizados como meio liquido o álcool etílico, esferas de alumina com 10 mm de diâmetro e velocidade de rotação de 200 rpm e tempo de mistura de 8 horas [56]. Posteriormente as misturas dos pós foram secas em uma estufa em 100 °C por 24 horas, sendo na seqüência desagregadas em almofariz de ágata e peneiradas em peneira de malha 120 MESH [57,58].



FIGURA 3.1- Fluxograma mostrando as etapas do procedimento experimental adotado neste trabalho.

# 3.2.1 Caracterização dos pós precursores

## a) Distribuição de tamanhos de partículas

A obtenção das curvas de distribuição de tamanho de partículas (aglomerados e/ou agregados) foi feita em um analisador de partículas da marca CILAS, modelo 1064, no IPEN, em São Paulo. Nesta técnica, um feixe de laser é incidido sobre as partículas do pó dispersas em um fluido, ocorrendo a difração se os tamanhos das partículas forem maiores do que o comprimento da onda luminosa incidente. A

intensidade da luz refratada é proporcional ao quadrado do diâmetro da partícula e o ângulo de difração é inversamente proporcional ao diâmetro da partícula.

As dispersões de partículas foram preparadas com água deionizada e dispersante pirofosfato de sódio. As soluções foram submetidas à dispersão por ultra-som por 4 minutos, com a finalidade de manter o máximo grau de desaglomeração possível entre as partículas. A obtenção das curvas de distribuição dos tamanhos de partículas foi feita utilizando o modelo de Fraunholfer [60]. Na análise dos resultados fornecidos por esta técnica, deve-se considerar que o equipamento não faz distinção entre partículas primárias, aglomerados e agregados que possam estar presentes no pó em estudo.

#### b) Morfologia das partículas

O estudo da morfologia das partículas dos pós de alumina e de zircônia (forma de aglomerados e de agregados) foi realizado em imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). O equipamento utilizado foi um O equipamento utilizado para esta análise foi um microscópio eletrônico de varredura, marca JEOL, modelo JSM-5310 do LAS/CTE/INPE.

### c) Análise das fases cristalinas presentes

As fases cristalinas presentes, tanto dos pós precursores foram identificadas por difração de raios X, utilizando radiação Cu-K $\alpha$  com varredura de 2 $\theta$  entre 10 e 80<sup>0</sup>, aplicando-se passo de 0,05° /s. As fases identificadas pela comparação com os dados das fichas JCPDS [59].

O equipamento utilizado para a obtenção dos espectros de difração de raios X foi um difratômetro de raios X da marca PHILIPS, modelo PW 1380/80 (LAS/CTE/INPE).

# 3.2.2 Compactação

A compactação tem como finalidade aproximar as partículas dos pós ao máximo, reduzindo a porosidade, aumentando o número de contatos entre as partículas do pó para facilitar a etapa de sinterização. A densidade do compactado é definida como sendo a razão entre a massa específica do compactado e a massa específica do pó

(mistura dos pós precursores). A densidade de compactação ideal é aquela que promove o rearranjo das partículas do pó sem provocar a laminação e/ou a fratura do compactado [61].

Neste trabalho, os compactados foram obtidos por prensagem uniaxial seguida da prensagem isostática.

## a) Prensagem uniaxial

Para a realização da prensagem uniaxial, primeiramente os pós foram pesados em quantidades necessárias para obtenção das cerâmicas sinterizadas finais nas dimensões pré-estabelecidas. Posteriormente os pós foram acomodados em uma matriz metálica de camisa flutuante, preenchendo de forma homogênea, para uma melhor distribuição das partículas do pó. Após o preenchimento, os pós foram compactado com uma pressão de 80 MPa. Os compactados foram confeccionados na forma de pastilhas com secção transversal nas dimensões de 16,36 x 16,36 x 7,5 mm, com objetivo de se obter geometria final próxima de 12,76 x 12,76 x 4,76 mm, como determinada pela norma ISO 1832. Esse procedimento foi realizado no AMR/IAE/DCTA.

## b) Prensagem isostática

Após prensagem uniaxial a frio, os corpos-de-prova foram prensados isostaticamente a frio, com pressão de 300 MPa, com os objetivos de minimizar os gradientes de compactação e de aumentar os valores maiores de densidade dos compactados. A prensagem isostática foi realizada em uma prensa isostática tipo KIP 100 E, marca Paul Weber, alocada no AMR/IAE/DCTA.

## 3.2.3 Caracterização dos compactados

A massa específica e a densidade relativa dos compactados foram determinadas. A massa específica teórica ( $\rho_t$ ) de cada composição estudada foi calculada aplicando a Equação 3.1, a partir das massas específicas teóricas dos pós precursores.

$$\rho_{t} = \frac{W_{T}}{V_{T}} = \frac{(W_{A} + W_{B})}{(W_{A} / \rho_{A}) + (W_{B} / \rho_{B})}$$
(3.1)

Onde:

$$\begin{split} W_T &= massa \ teórica \ da \ mistura \ ( \ g \ ); \\ V_T &= volume \ teórico \ da \ mistura \ ( \ cm^3 \ ); \\ W_A &= massa \ do \ Al_2O_3 \ ( \ g \ ); \\ W_B &= massa \ do \ ZrO_2 \ ( \ g \ ); \\ \rho_A &= massa \ específica \ do \ Al_2O_3 \ ( \ g/cm^3 \ ) \ e \\ \rho_B &= massa \ específica \ do \ ZrO_2 \ ( \ g/cm^3 \ ) \end{split}$$

Desta forma, obteve-se a massa específica teórica, utilizada posteriormente para cálculo da densidade relativa a verde, que por sua vez, foi obtida a partir da relação entre as massas específicas a verde das amostras e as massas específicas teóricas das misturas dos pós.

A massa específica dos compacados foi determinada pelo método geométrico, a partir da pesagem das pastilhas. As amostras foram medidas com micrômetro de precisão de 0,001 mm, e posteriormente pesadas em balança analítica de precisão  $(10^{-5}g)$ . A partir destes dados utilizou-se a Equação 3.2 para obter o valor da massa específica dos compactados.

$$\rho_{v} = \frac{massa_{amostra}}{volume} \tag{3.2}$$

### 3.2.4 Sinterização dos compactados

A etapa de sinterização dos pós compactados é de extrema importância para a obtenção das fases cristalinas e da microestrutura da cerâmica sinterizada [28, 50,51].

A sinterização das amostras foi realizada na temperatura de 1600 °C, por 180 minutos.

#### 3.2.5 Caracterização das cerâmicas sinterizadas

#### a) Densidade relativa

Os dados para o cálculo dos valores da densidade relativa das amostras sinterizadas foram obtidos utilizando o princípio de Arquimedes. Para a determinação da massa específica aparente nas composições químicas estudadas utilizou-se a norma ASTM C20 - 87. As cerâmicas amostras foram imersas em um recipiente com água destilada e fervidas durante 2 horas, para a eliminação do ar contido nos poros, e permanecendo em água na temperatura ambiente por mais 24 horas.

Para a determinação da massa imersa ( $w_i$ ), as amostras foram imersas em um volume de água destilada apoiadas por um suporte adaptado a balança. Pesou-se primeiro o suporte vazio e, em seguida, o suporte com as amostras. A massa imersa ( $w_2$ ) é a diferença entre estas duas leituras.

Após a determinação da massa imersa (w<sub>i</sub>), as cerâmicas foram retiradas e envolvidas em um papel toalha para a remoção de partículas de água que se encontravam nas suas superfícies, sendo, então, secas em uma estufa em 100 °C durante 2 horas. Em seguida, as cerâmicas foram resfriadas em um dessecador por um período de 30 minutos e pesadas para a determinação da massa seca (w<sub>1</sub>). Foram realizadas 10 medições em balança de precisão ( $10^{-5}$  g). Os valores obtidos foram inseridos na Equação 3.3 para o cálculo da desnidade da cerâmica sinterizada ( $\rho_{SINT}$ ).

$$\rho_{SINT} = \frac{W_1 \times \rho_{H_2O}}{W_1 - (W_2 - W_f)}$$
(3.3)

onde:

 $\rho_{\text{Sint}} = \text{Massa específica das amostras sinterizadas (g/cm<sup>3</sup>);}$ 

 $W_1 = massa da amostra seca (g);$ 

 $\rho_{\rm H2O}$  = massa específica da água (g/cm<sup>3</sup>);

W<sub>2</sub> = massa da amostra imersa (g) e

 $W_F$  = massa do fio imerso (g).

O valor da massa específica da água ( $\rho_{H2O}$ ) foi obtido utilizando a Equação 3.4:

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002315.T \tag{3.4}$$

A densidade relativa foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada ( $\rho_{Sint}$ ) e a massa específica teórica de cada composição estudada ( $\rho_{T}$ ), como mostrado na Equação 3.5.

$$\rho_{\text{Re}\,l} = \left(\frac{\rho_{s\,\text{int}}}{\rho_{T}}\right) \times 100 \tag{3.5}$$

O valor da densidade é dado em %.

### b) Identificação das fases cristalinas

Para a identificação das fases cristalinas presentes nas cerâmicas sinterizadas foi utilizadas a técnica de difração de raios X e o mesmo equipamento e parâmetros usados para a obtenção dos espectros dos pós.

### c) Determinação da retração linear

Os valores da retração linear das cerâmicas foram obtidos utilizando medições do comprimento das amostras. Estas medidas foram efetuadas antes e após a sinterização. Utilizando-se a Equação 3.6 para o cálculo dos valores de retração linear das cerâmicas.

$$\Delta \mathbf{L}(\%) = \frac{\mathbf{Ca} - \mathbf{Cs}}{\mathbf{Ca}} \mathbf{x100}$$
(3.6)

onde:

 $\Delta L$  = retração linear (%);

Ca = comprimento do corpo de prova antes da sinterização (mm) e

Cs = comprimento do corpo de prova após sinterização (mm).

#### d) Análise da microestrutura

As análises das microestruturas das cerâmicas sinterizadas foram realizadas em imagens obtidas em um microscópio eletrônico de varredura, modelo JEOL JSM – 5310 do Laboratório Associado de Sensores e Materiais do CTE/INPE. Para isso, as amostras foram fraturadas, e posteriormente as superfícies de fratura foram metalizadas com um filme fino de ouro para tornar estas superfícies condutoras elétricas.

## e) Análises das superfícies das ferramentas

As análises das superfícies das ferramentas podem pré-determinar o seu desempenho, podendo essa região influenciar na quebra de cavacos e/ou na retenção de materiais que promovam a lubrificação. Neste trabalho foi utilizada a técnica de perfilometria para a obtenção dos perfis de rugosidade das superfícies dos insertos cerâmicos desenvolvidos. A perfilometria corresponde a uma das técnicas de caracterização mais importante em uma ferramenta, sendo também muito utilizada para determinação do tamanho do desgaste por cratera.

Os perfis de rugosidade foram obtidos com o uso de um perfilômetro óptico da marca Veeco e modelo Wyko NT1100 no LAS/CTE/INPE.

#### 3.2.6 Análise da topografia do raio de ponta da ferramenta

O raio de ponta das ferramentas cerâmicas são os responsáveis pelo seu desempenho nos processos de usinagem. Devido ao caráter de fragilidade inerente das ferramentas cerâmicas, faz-se necessário uma análise da topografia do raio de ponta da ferramenta, visando um bom acabamento das peças e respeitando as condições especificas de projetos. Para tal objetivo se faz necessário que essa região sofra o mínimo de tensões superficiais possíveis inerentes aos processos de usinagem, evitando fraturas regionais durante o trabalho. Para tanto, utilizou um microscópio de força atômica (AFM) para obter o perfil topográfico da superfície desta região. Foram realizadas 5 varreduras em diferentes regiões do raio de ponta da ferramenta. O microscópio de força atômica utilizado é da marca Veeco e modelo Wyko NT1100, pertencente ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais do CTE/INPE.

#### 3.2.7 Determinação da dureza

Estudo das propriedades mecânicas em temperatura ambiente das ferramentas desenvolvidas define a suas condições de aplicação. Para tanto as amostras sinterizadas foram submetidas ao teste para a determinação dos valores de dureza, de acordo com a norma ASTM C 1327-99.

Os dados para a determinação dos valores de dureza das cerâmicas foram obtidos pelo uso da técnica de microdureza Vickers com a utilização de um penetrador de diamante no formato piramidal, com ângulo de 136 ° e secção transversal quadrada. Foram realizadas 10 impressões, sendo a primeira na superfície e as demais nas seções transversais das cerâmicas, com carga de 1 kg. Utilizou-se, para estas medições, um durômetro da marca Wilson Tukon, modelo 1798, alocado no AMR/IAE/DCTA.

Para o cálculo dos valores de dureza das cerâmicas, utilizou-se a Equação 3.7 [57,58]:

$$H_{v} = \frac{2Q \operatorname{sen}^{a_{2}}}{L^{2}}$$
 (3.7)

Onde:

H<sub>V</sub> = dureza Vickers (kgf/mm);

Q = carga (kg);

L = comprimento médio da diagonal (mm) e

 $a = \hat{a}$ ngulo do penetrador de diamante.

Os valores de dureza Vickers obtidos em kgf/mm, foram convertidos para GPa, utilizando-se a relação 1 GPa =  $1,02 \times 10^2$  kgf/mm<sup>2</sup>.

## 3.2.8 Determinação da tenacidade à fratura

A tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ ), que é a energia necessária para a fratura da peça, foi calculada a partir das impressões feitas nas superfícies das cerâmicas utilizando o método de impressão Vickers. Para obter as impressões foi utilizado um penetrador de diamante de 136° e carga de 5 kg, para todas as cerâmicas analisadas. Para o cálculo de K<sub>IC</sub>, foi usado o valor médio do comprimento das duas trincas radiais que se originam do vértice da diagonal de cada impressão Vickers e utilizou-se a Equação 3.8 [57,58].

$$K_{\rm IC} = \frac{0.0726 \times Fa}{c^{3/2}}$$
(3.8)

Onde:

 $K_{IC}$  = tenacidade à fratura (MPa m<sup>1/2</sup>);

 $F_a = carga aplicada (kgf) e$ 

c = metade do comprimento da trinca provocada pela penetração (mm).

## 3.2.9 Metodologia utilizada na fabricação das ferramentas cerâmicas

Foram confeccionados vários insertos utilizando cada um dois tipos de cerâmicas desenvolvidas. O formato e as dimensões dos insertos cerâmicos foram definidos em função da resistência mecânica, das condições de uso e do tipo de porta ferramentas, de acordo com o especificado na norma ISO 1832, como mostrado na Figura 3.2. Esta geometria pode ser utilizada para os desbastes leve e pesado de várias ligas metálicas e também para o acabamento de ferros fundidos.



FIGURA 3.2 - Geometria das ferramentas desenvolvidas neste trabalho. Fonte: [53].

### 3.2.10 Testes de usinagem

Os testes de usinagem por torneamento realizados neste trabalho visam as avaliações de desgastes e do desempenho das ferramentas desenvolvidas. Parte dos objetivos deste trabalho é o futuro desenvolvimento de novos materiais para ferramenta de corte, que possam ser aplicados aos processos de manufatura de componentes de satélites com significativas reduções de custos. Para isso foram realizados testes de usinagem por torneamento do ferro fundido cinzento GG20, utilizando as ferramentas desenvolvidas, denominadas por A e B, de acordo com as composições definidas no item 4.2.

Os parâmetros utilizados foram selecionados considerando os dados existentes nas literaturas específicas [38, 39, 40, 62]. Para a avaliação das ferramentas foram utilizadas variações de velocidade de corte ( $V_C$ ), sendo que a  $V_C$  é o parâmetro que mais influencia o desgaste da ferramenta (Tabela 3.3).

Os testes foram interrompidos a cada passo do torneamento para o monitoramento da ferramenta, utilizando uma análise visual com o auxílio de uma lupa de inspeção com aumento máximo de 8 vezes. A avaliação dos desgastes ocorridos nas ferramentas foi realizada em imagens obtidas em um microscópio eletrônico de varredura modelo JEOL JSM – 5310, pertencente ao Laboratório Associado de Sensores e Materiais do CTE/INPE. Os testes foram realizados usando ferro fundido cinzento da classe GG20, com dureza de aproximadamente 205HB e composição química característica de 3,04-3,2 % de C e 2,45-2,6 % de Si e o restante de Fe. Foram utilizados corpos de provas cilíndricos, nas dimensões de 300 mm de comprimento e 80 mm de diâmetro. A Tabela 4.3 mostra os parâmetros utilizados nos testes de usinagem.

Condição	Ferramentas	v <sub>C</sub> (m/min)	f (mm/rot)	a <sub>p</sub> (mm)
1	A e B	180	0,28	1 mm
2	A e B	360	0,28	1 mm
3	A e B	500	0,28	1 mm

TABELA 3.3 - Parâmetros utilizados nos testes de usinagem.

Os parâmetros utilizados tiveram como objetivo analisar o desempenho das ferramentas quando submetidas às condições adversas nos processos de usinagem. Foram analisados os desgastes de flanco das ferramentas A e B e comparadas quanto ao seu desempenho.

## 3.2.11 Equipamentos nos testes de usinagem

## a) Máquina ferramenta

Os ensaios de usinagem foram realizados em um torno semi-automático da marca Timemaster, modelo CDS660B, com rotação máxima de 2000 rpm potência de 10 CV do Laboratório de Usinagem do Setor de Engenharia Mecânica (SEMA) do INPE (Figura 4.3).



FIGURA 3.3 - Torno semi-automático utilizado nos ensaios e alocado no SEMA/INPE.

## b) Porta ferramentas

O formato e as dimensões dos insertos foram definidos principalmente em função de um porta ferramentas, modelo Sandvik CSBNR2525M12-4 (Figuras 3.4), apropriado para insertos cerâmicos. Os dados mais importantes deste porta ferramentas são: i) ângulo de posição (Kr) =75°, ii) ângulo de saída = - 6° e ii) ângulo de inclinação = - 4°. A Tabela 3.4 apresenta as dimensões do porta ferramentas mostrado na Figura 3.4.



FIGURA 3.4 - Vistas lateral e superior do porta ferramentas Sandvik CSBNR2525M12-4, utilizado neste trabalho. Fonte:[39]


FIGURA 3.5 - Porta ferramentas da marca Sandvik CSBNR2525M12-4.

Dimensão	h	<b>h</b> <sub>1</sub>	b	$l_1$	l <sub>3</sub>	$\mathbf{f}_1$
Valor (mm)	25	25	25	150	34,3	22

TABELA 3.4 - Dimensões do porta ferramentas.

# **CAPÍTULO 4**

# **RESULTADOS E DISCUSSÕES**

### 4.1 Alumina

As características físicas dos pós de alumina (OP1000 da Alcan) são mostradas nas Figuras 4.1 e 4.2. Na Figura 4.1, pode ser observado que o maior volume de partículas (aproximadamente 56 %) está na faixa de tamanhos na escala submicrométrica ( $0,1 \le diâmetro equivalente da partícula \le 1 \mu m$ ). As partículas com diâmetros na escala nanométrica (menores que 0,1 µm ou 100 nm) e na escala micrométrica ( $\ge 1 \mu m$ ), correspondem a cerca de 18 e 26 % do volume total de partículas do pó, respectivamente. De acordo com os valores mostrados na Figura 4.1, este pó de alumina apresenta diâmetro equivalente médio de partículas de 0,28 µm.



FIGURA 4.1– Distribuição dos tamanhos de partículas no pó de α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> utilizada neste trabalho.

A morfologia do pó de alumina é mostrada na Figura 4.2. A imagem mostra que este pó é formado por partículas de formas irregulares. No entanto, as resoluções da imagem e do microscópio eletrônico de varredura utilizado, não permitem observar o estado de aglomeração e/ou de agregação das partículas deste pó.

Esta observação é possível utilizando imagens obtidas em microscópico eletrônico de transmissão ou em microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo elétrico. Outra técnica geralmente utilizada pelos pesquisadores deste Grupo de Pesquisas é a porosimetria de mercúrio realizada em amostras de pós.



FIGURA 4.2- Imagem obtida por MEV do pó de α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

O difratograma de raios X do pó de alumina é como mostrado Figura 4.3.



FIGURA 4.3- Difratograma de raios X da alumina utilizada neste trabalho.

Este difratograma mostra a presença apenas de alumina  $\alpha$ , que é a estrutura cristalina termodinamicamente estável deste material.

## 4.2 Zircônia parcialmente estabilizada com ítria

As características físicas do pó de zircônia estabilizada com ítria são mostradas nas Figura 4.3 e 4.4. Na Figura 4.4, pode ser observado que a curva de distribuição de tamanhos de partículas deste pó apresenta o maior volume de partículas com diâmetros equivalentes na escala micronométrica (cerca de 75 %). As partículas com diâmetros equivalentes na escala submicométrica, correspondem a um volume de 25 %.

De acordo com as curvas mostradas na Figura 4.4 este pó não possui partículas com diâmetros equivalentes na escala nanométrica.

Os valores mostrados na Figura 4.1 indicam que este pó de zircônia possui diâmetro equivalente médio de partículas de 1,08 µm.



FIGURA 4.4- Distribuição dos tamanhos de partículas do pó de zircônia utilizado neste trabalho.

A imagem obtida por MEV mostra que o pó de zircônia é formada por partículas de formas irregulares (Figura 4.5). No entanto, devido à resolução do microscópio

eletrônico de varredura utilizado, somente é possível observar a presença de aglomerados grandes. Não é possível observar o estado de aglomeração e/ou de agregação das partículas menores deste pó.



FIGURA 4.5 - Imagem obtida por MEV do pó de 3Y-ZrO<sub>2</sub>.

No difratograma de raios X mostrado na Figura 4.6 pode ser observado que as fases cristalinas presentes no pó de zircônia utilizado neste trabalho.



FIGURA 4.6 - Difratograma de raios X do pó de 3Y-ZrO<sub>2</sub>.

A zircônia (3Y-ZrO<sub>2</sub>) mostra as presenças das fases cristalinas tetragonal (em quantidade maior) e monoclínica.

Como, após a mistura mecânica dos pós de alumina e de zircônia, as modificações na distribuição de tamanhos de partículas são muito pequenas e não ocorrem modificações na estrutura cristalinas dos pós, estes dados não são mostrados neste trabalho.

#### 4.3 Caracterização dos compactados das misturas dos pós de alumina e de zircônia

Os valores de massa especifica a verde, massa especifica teórica e densidade relativa a verde estão mostrados na Tabela 4.1. Estes valores mostram variações muito pequenas para os compactados com composições dos tipos A e B.

Compactado	Massa específica (g/cm <sup>3</sup> )	Massa especifica teórica (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade relativa (%)
Α	2,49	5,03	49,48
В	2,52	5,22	48,38

TABELA 4.1 – Valores de massa específica e de densidade a verde dos compactados.

#### 4.4 Caracterização das cerâmicas sinterizadas

Os valores de densidade relativa das cerâmicas sinterizadas foram muito próximos e ambos acima de 98 %. Esses valores indicam que os compósitos cerâmicos apresentaram graus de densificação altos e coerentes com os valores de densidade relativa a verde.

Os valores de perda de massa das cerâmicas sinterizadas são de 2,6 %  $\pm$  0,18 para a cerâmica A e 1,9 %  $\pm$  0,15 para a cerâmica B. Estes valores foram relacionados à volatilização dos compostos orgânicos misturados aos pós (ligantes e ou lubrificantes de partículas).

## 4.5 Análise das fases cristalinas

As Figuras 4.7 e 4.8 mostram os difratogramas de raios X das cerâmicas sinterizada em 1600  $^{\circ}$ C.



FIGURA 4.7 - Difratograma de raios X da cerâmica A.



FIGURA 4.8 - Difratograma de raios X da cerâmica B.

Na Figura 4.7, pode-se observar que a presença de  $Al_2O_3$  com a estrutura cristalina da alumina  $\alpha$  e de ZrO<sub>2</sub> com estrutura cristalina tetragonal. As intensidades

relativas dos picos de difração de ambos os materiais são consistentes com as quantidades de alumina e de zircônia utilizadas na composição A.

A ausência da fase cristalina monoclínica da zircônia pode estar relacionada à transformação desta fase para a tetragonal induzida pela tensão aplicada na superfície da cerâmica durante a etapa de retífica.

O difratograma de raios X para a cerâmica sinterizada B (Figura 4.8) também mostra apenas a presença de zircônia estabilizada na fase tetragonal. A explicação é a mesma da cerâmica A. As intensidades relativas dos picos de difração de ambos os materiais também são consistentes com as quantidades de alumina e de zircônia utilizadas na composição B.

Estes difratogramas de raios X indicam que as cerâmicas sinterizadas podem ser considerados compósitos cerâmicos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub>.

### 4.6 Análise das microestruturas

As microestruturas das superfícies de fratura dos compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3$  -  $ZrO_2$ são mostradas nas Figuras 4.9 e 4.10.



FIGURA 4.9 - Imagens da superfície de fratura do compósito cerâmico de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - ZrO<sub>2</sub> A.



FIGURA 4.10 - Imagens da superfície de fratura do compósito cerâmico de  $Al_2O_3$  -  $ZrO_2$  B.

A microestrutura da amostra obtida pode ser observada nas Figuras 4.10 a e 4.10 b. Na Figura 4.10 a pode ser observado uma distribuição homogenia da alumina na estrutura. Na Figura 4.10 b, pode ser observado que os grãos de alumina são maiores, e isso é em função do tempo utilizado no processo de sinterização. O crescimento de grão da alumina é diretamente proporcional ao tempo de sinterização (patamar), quanto maior o tempo maior os grãos. Já o expoente de crescimento de grão da zircônia e da alumina é relatado ser entre 3 e 4, em função do tempo de sinterização, e isso indica que possivelmente, diferentes mecanismos de crescimento de grão estejam atuando nessas duas fases.

## 4.7 Dureza e tenacidade à fratura

As propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos são muito importantes para definir seu campo de aplicação. Os resultados de dureza obtida pelo método de dureza Vickers e da tenacidade à fratura (K<sub>IC</sub>) são apresentados respectivamente na Tabela 4.4

	Sinterização em 1600 °C			
Composição	K <sub>IC</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Dureza Vickers (GPa)		
Α	6,21 ± 0,24	$16,\!22 \pm 0,\!10$		
В	$7,\!20 \pm 0,\!16$	$15,\!04 \pm 0,\!07$		

TABELA 4.2 - Valores de dureza e tenacidade à fratura das cerâmicas.

Pode se observar que a densificação das amostras são superiores a 98 %, portanto conclui-se que a dureza e tanacidade a fratura dos insertos cerâmicos são característicos dos materiais. Isso fica mais evidente devido aos parâmetros de sinterização ter sido os mesmos para ambos compósitos cerâmicos. Entretanto na tabela 4.4 fica evidente que a composição que utilizou maior quantidade de alumina (A) apresentou dureza de 16,22 GPa enquanto que a composição com maior quantidade de zircônia estabilizada apresentou dureza de 15,04 GPa. Matematicamente podemos observar que houve uma redução dos valores de 7% de dureza da composição A para B, enquanto que os valores de tenacidade à fratura são inversos aos valores de dureza. De uma maneira geral observando os valores de densidade relativa em conjunto com os resultados de desvio padrão apresentados isso indica uma homogeneidade dos valores de dureza no interior da amostra.

#### 4.8 Ferramentas cerâmicas desenvolvidas

As ferramentas utilizadas nos testes de usinagem foram desenvolvidas em laboratórios, com geometria das ferramentas de acordo a norma ISO 1832 (Figura 4.6a). A Figura 4.6b mostra uma ferramenta fixada no suporte durante a operação de usinagem.



FIGURA 4.11 – As imagens mostram: a) as ferramentas cerâmicas desenvolvidas neste trabalho e b) uma ferramenta cerâmica fixada ao suporte durante a usinagem.

#### 4.9 Análise da topografia das ferramentas após a lapidação

## a) Análise por microscopia de força atômica

As Figuras 4.11a e 4.11b mostram as imagens tridimensionais da topografia superficial representativas dos raios de ponta das ferramentas após a retífica.



FIGURA 4.12 – Imagens das topografias das superfícies da região do raio de ponta de:a) ferramenta A e b) ferramenta B.

As superfícies das ferramentas cerâmicas retificadas apresentam em características relativamente homogêneas. No entanto, a ferramenta B apresentou uma distribuição de rugosidades mais homogênea do que a amostra A, o que pode estar relacionado à distribuição mais homogênea dos tamanhos de grãos do compósito

cerâmico à base de zircônia (de acordo com as Figuras 4.9 e 4.10). A rugosidade homogênea das superfícies ferramentas cerâmicas com valor pequeno da profundidade dos defeitos, podem melhorar o desempenho da ferramenta. Estas características superficiais promovem a diminuição das tensões mecânicas na região do raio de ponta da ferramenta, e por conseqüência, a diminuição da tendência à ocorrência de fraturas das ferramentas, resultando em um melhor desempenho e aumento do tempo de vida.

#### b) Análise por perfilometria óptica

As Figuras 4.12a e 4.12b apresentam as imagens representativas das topologias das superfícies de saída das ferramentas de corte A e B após a etapa de lapidação. Esta técnica permite a análise de uma área maior da superfície da cerâmica. A superfície de saída da ferramenta tem uma importância fundamental nos processos de usinagem e influenciam o desempenho desta.



FIGURA 4.13 – Imagens das topografias das superfícies de saída de: a) ferramenta A e b) ferramenta B.

Foram realizadas, 10 varreduras em diferentes regiões das superfícies de saída das ferramentas A e B (Figura 4.12). Tal procedimento teve o propósito de verificar as possíveis irregularidades e/ou danos nestas superfícies, além de quantificar a rugosidade nestas áreas. A superfície de saída da ferramenta de corte atua na quebra de cavacos e/ou pode de reter materiais que possam auxiliar na lubrificação.

As imagens mostradas na Figura 4.12, indicam uma topografia com secção transversal do tipo dente de serra (irregularidades superficiais com formato de serra).

Este tipo de topografia influencia a ação de abrasão sobre o cavaco, tendo como função a quebra do cavaco. Esta característica é mais evidente no compósito cerâmico à base de alumina (ferramenta A), o que deve conferir a esta ferramenta uma maior abrasividade. Na ferramenta B (compósito cerâmico à base de zircônia), o efeito de dente de serra é menor o que resulta em uma abrasividade menor. Esta característica está diretamente associada à homogeneidade de tamanhos de grãos, que é maior para a cerâmica à base de zircônia (Figuras 4.9 e 4.10). Devido a esta característica, a ferramenta B é a mais indicada para o uso em processos de usinagem de materiais que gerem cavacos curtos. Os valores de rugosidade medidos são de 605,20 nm para ferramenta A e de 344,77 nm para a ferramenta B confirmam as observações das imagens mostradas na Figura 5.11.

#### 4.10 Resultados dos testes de usinagem

Após o desenvolvimento e a caracterização dos compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3$ -  $ZrO_2$  e a etapa de retífica para obter os insertos cerâmicos para ferramentas de corte, os mesmos foram submetidas aos testes de usinagem do ferro fundido cinzento (GG20).

As Figuras 4.13 a 4.15 apresentam as imagens obtidas por MEV, que mostram os desgastes de flanco nas superfícies das cerâmicas das ferramentas A e B, após os testes de usinagem com os parâmetros: i) velocidades de corte de 180, 360 e 500 m/min, ii) profundidade de corte de 1,0 mm/rot e ii) avanço de 0,28 mm.

Na Figura 4.16, os valores obtidos nos testes de usinagem são mostrados como desgaste de flanco das ferramentas em função da velocidade de corte.

Nas imagens obtidas por MEV, pode-se observar que as ferramentas A e B não apresentam desgastes de flanco significativos para os comprimentos de corte utilizados (Figuras 4.13 a 4.15). Nas condições dos testes realizados, ambas as ferramentas apresentaram desgastes de flanco pequenos, sendo que a ferramenta A apresentou um desgaste de flanco menor. Para as velocidades de corte de 180 e de 360 m/min, ambas a ferramentas cerâmicas mostraram valores próximos de desgaste de flanco. No entanto, na velocidade de corte de 500 m/min, a ferramenta A apresenta um valor de desgaste de flanco cerca de 3 vezes menor do que a ferramenta B (Figura 4.16). Este resultado está coerente com o valor de dureza maior do compósito cerâmico composto por 81.5 % (em peso) de  $Al_2O_3$  e 18,5 % (em peso) de 3Y-ZrO<sub>2</sub>, que compõe esta ferramenta.



FIGURA 4.14 – Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc =180 m/min.



FIGURA 4.15 - Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc = 360 m/min.



FIGURA 4.16 – Imagens obtidas por MEV das ferramentas A e B, com Vc = 500 m/min.

Nas imagens das Figuras 4.13 a 4.15 podem ser observados também a presença de desgaste por cratera. Os desgastes por cratera são evidências da combinação de esforços pulsantes com variações de temperatura na aresta de corte da ferramenta, que são transmitidos aos cavacos, os quais geram regiões de concentrações de tensões na superfície de saída, acelerando os mecanismos de desgaste nesta região. Esses fatores podem estar relacionados com os parâmetros de usinagem utilizados e também com microestrutura da ferramenta desenvolvidas.



FIGURA 4.17 - Comportamento do desgaste de flanco em função da velocidade de corte.

Os resultados deste trabalho mostraram que as ferramentas desenvolvidas apresentaram um bom desempenho, não sendo observada a ocorrência de trincas geradas por fadiga mecânica ou rupturas da aresta de corte.

# **CAPÍTULO 5**

# CONCLUSÕES

As ferramentas de compósitos cerâmicos de  $Al_2O_3$  -  $ZrO_2$  mostraram excelentes desempenhos na usinagem de ferro fundido GG20.

Os materiais precursores e o processamento adotado permitiram obter cerâmicas com valores de porosidade acima de 98 %, e valores de dureza e de tenacidade a fraturas coerentes com os fornecidos pela literatura.

O compósito cerâmico de  $Al_2O_3$  -  $ZrO_2$  com maior quantidade de alumina apresentou valor de dureza maior e de tenacidade à fratura menor, quando comparados aqueles compósitos com maior quantidade de zircônia.

Nos testes de usinagem, os dois tipos de ferramentas cerâmicas desenvolvidas apresentaram bom desempenho. As ferramentas apresentaram desgastes de flanco muito pequenos e não mostraram rupturas de aresta de corte nos diversos comprimentos de corte. Estes resultados indicam que estes materiais podem ser utilizados em usinagem com velocidades de corte altas, de até 500 m/min.

Os desgastes muito pequenos nas superfícies de flanco das ferramentas cerâmicas, indicados a viabilidade de suas utilizações na usinagem de peças com longos comprimentos de corte.

O processo de usinagem executado com a velocidadde de 500 m/min provocou um início de desgaste por cratera na superfície de saída da ferramenta. Este comportamento foi associado aos esforços termo-mecânicos incidentes nesta região da ferramenta quando da saída de cavacos.

# SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

- Desenvolvimento de novas ferramentas com variações das quantidades de zircônia;
- Estudar a resistência à abrasão dos compósitos cerâmicos de alumina-zircônia desenvolvidos neste trabalho;
- Estudar os tipos de desgastes das ferramentas utilizando diferentes velocidades de corte e
- 4) Estudar os tipos de mecanismos de desgaste atuantes nas ferramentas à base de alumina e à base de alumina zircônia.

# **REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

[1] RAHAMAN, M. N. Ceramic processing and sintering. 2. ed. CRC Press, 1995.

[2] CARTER, C. B.; NORTON, M.G. Ceramic materials- science and engineering. New York, USA: Springer, 2007.

[3] TÄFENER, U.; CARLE, V.; SCHÄFER, U.; HOFFMANN, M. J. Preparation and microstructural analysis of high- performance ceramics. In: **ASM Handbook** v. 9: metallography and microstructures of ceramics, composite-metal forms, and special-purpose alloys. USA: ASM International, 2004.

[4] EVANS, A. G. Engineering property requirements for high performance ceramics. **Mater. Sci. Eng.**, v. 71, p. 2-3, 1995.

[5] SASSERON, C. O. J.; MARCHI, J. C.; BRESSIANI E A.H.A.; BRESSIANI, Sinterização de cerâmicas à base alumina, zircônia e titânia. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 50.,2006, Blumenau. **Anais...** Blumenau: ABC, 2006.

[6] RIBEIRO, M. V.; COPPINI, N. L. Aplicação do sistema ATAC na otimização dos parâmetros de usinagem e seleção de ferramentas. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA MECÂNICA (COBEM), 1997, Bauru, SP. Anais... Rio de Janeiro: ABCM, 1997.

[7] ZHOUT, C.; WYSK, R. A. An integrated system for selectin goptimum cutting speeds and tool replacement times. **International Journal of Machine Tools and Manufacture**, v. 32, n. 5, p. 695-707, 1992.

[8] MACHADO, A.R. **Usinagem dos metais**, (Universidade Federal de Uberlândia) 1999. p.224 . Apostila didática.

[9] MALERE, E. P.; RIBEIRO, J. C.; RIBEIRO, M. V. Aplicação de ferramentas cerâmicas no torneamento de cilindros laminadores. CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 4., 2007, São Pedro. **Anais...** São Paulo : USP, 2007. v. 1

[10] SOUZA, J. V. C.; RIBEIRO, M. V.; CRNKOVIC, S. J.; SILVA, O. M. M. O desenvolvimento nacional de ferramentas cerâmicas para usinagem. **Maquinas e Metais**, v. 44, p. 236-251, 2008.

[11] HIGGINS, R.A. **Properties of materials**. 2. ed. New York: Industrial Press Inc., 1994.

[12] ASHBY, M.; SHERCLIFF, H.; CEBON, D. Materials engineering, science, processing and design. London: Elsevier Ltd, 2007.

[13]OLIVEIRA, I. R.; STUDART, A. R.; PILEGGI, R. G.;. PANDOLFELLI, V. C.; **Dispersão e empacotamento de partículas** - princípios e aplicações em processamento cerâmico. S. Paulo: Fazendo Arte, 2000.

[14] DORE, E.; HUBNER, H.W. Alumina-processing, properties and applications. New York-USA: Springer-Verlag, 1984. p.75.

[15] KRELL, M.; MA, H. Nanocorundum - Advanced synthesis and processing. NanoStructured Materials, v. 11, n. 8, p. 1141-1153, 1999.

[16] FONSECA, S. T. Processamento e caracterização de pós e de cerâmicas de alumina total e parcialmente nanoestruturadas. 2007. 89 p. (INPE-15153-TDI/1285). Dissertação (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2007. Disponível em: <<u>http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m17@80/2007/12.07.12.40</u>>. Acesso em: 12 abr. 2010.

[17] FEIGHERY, A. J. & IRVINE, J. T. S. Effect of alumina additions upon electrical properties of 8% mol yttria-stabilised zirconia. **Solid stat ionics,** v.121. p.209-216, 1999.

[18] SOUZA, J.V.C. Fabricação de ferramentas de corte a base de materiais cerâmicos para aplicação em usinagem do ferro fundido vermicular. In: CBECIMAT, 16., 2004. Porto Alegre-RS. **Anais...** Porto Alegre: [s.n.], 2004.

[19] COSTA B.J. Importância das Características do Pó no Processamento das Cerâmicas Avançadas. CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 38., 1994, São Paulo. **Anais...** Rio de Janeiro: ABC, p.416, 1994.

[20] GUPTA, T. K., BECHTOLD, J.H., KUZNICKI, R. C., CADOFF, L. H. ROSSING, B. R. Stabilization of tetragonal in polycrystalline zircônia. **Journal of Materials Science**, v.12, p. 2421-2426, 1997

[21] BASU, B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. **Int. Mater. Rev.**, v. 50, n. 4, p. 239-256, 2005.

[22] MINEIRO, S. L. Processamento e caracterização física e mecânica de cerâmicas de zircônia-ítria total e parcialmente nanoestruturadas. 2007. 196 p. (INPE-15156-TDI/1288). Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2007. Disponível em: <<u>http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m17@80/2007/12.07.12.32</u>>. Acesso em: 12 abr. 2010.

[23] KURANAGA, C. **Obtenção de ZrO<sub>2</sub> dopada com concentrado de óxido de ítrio e de terras raras.** Dissertação (Mestrado). Faculdade de Engenharia Química de Lorena (FAENQUIL). Lorena, 1997. 78 p.

[24] NORMAN, C.J.; JONES, S.L.; LEIGH, B.M. The preparation of zirconia powders. **Trans. Brit. Ceram. Soc.**, v.85, p.173-174, 1986.

[25] JIAN, W.; ZHIHAO, J.; XIAOTIAN, W. A comparison of failure predictions by dynamic bending and cyclic bending fatigue techniques for Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-ZrO<sub>2</sub>. **Int Journ Fatigue**, 15, n1, p.37-40, 1993.

[26] OLIVEIRA, A. P. A. influência de fatores físico-químicos na produção de pós de zircônia. Tese (Doutorado) - PUC-RJ, 1997.

[27] DIEGO, ALEXANDRA ALMEIDA. **Characterization of ceramic powders used in the ceramic systems to fixed dental prosthesis**. Mat. Res., São Carlos, v. 10, n. 1, Mar. 2007 Available from http://www.scielo.br/scielo.php?script. Accesso em 02 de Fevereiro. 2010.

[28] WANG, J.; STEVENS, R. Review zirconia-toughened alumina (ZTA) ceramics. J. Mat. Science. v. 24, p. 3421-3440, 1989.

[29] De AZA, A.H.; CHEVALIER, J.;FANTOZZI, G. et al. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. **Biomaterials**, v. 23, p. 937-945, 2002.

[30] ASHIS K. D.; KOUSHIK B. Dry sliding wear of zirconia-toughened alumina with different metal oxide additives. **Ceramics International**. v. 35, n. 3, p. 997-1002, Apr., 2009.

[31] NONO, M. C. A. **Cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina no sistema CeO2-ZrO2 (Ce-TZP)**. Tese (Doutorado em Engenharia Aeronáutica e Mecânica) -Instituto Tecnológico de Aeronáutica - ITA, São José dos Campos, 1990.

[32] HIRSCHMANN, A. C. O. **Compósitos cerâmicos porosos de alumina zircônia para aplicação em sistemas de controle térmico para satélites**: obtenção e caracterização. 2008. 140 p. (INPE-15324-TDI/1367). Tese (Doutorado em Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores) - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, São José dos Campos. 2008. Disponível em: <<u>http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-</u> <u>m18@80/2008/06.27.19.18</u>>. Acesso em: 12 abr. 2010.

[33] CHIANG, Y-M; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. **Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering.** New York: John Wiley & Sons, 1997.

[34] GERMAN, M.R., **Powder metallurgy science**. 2.ed. [S.l.]: Metal Powder Industries, 1994. p.472.

[35] KINGERY, W. D.; BOWEN, H.K.; UHLMANN, D.R. Introduction to ceramics. New York: John Wiley & Sons, 1976.

[36] MOCHIZUKI, S. S. Análise das forças no torneamento do ferro fundido cinzento visando a aplicação em modelos do processo de fresamento frontal. Dissertação (Mestrado) - UFSC, Florianópolis, 2004.

[37] INSTITUTO NACIONAL DE PESQUISAS ESPACIAIS. **ABNT NBR 6175 copyright**. São José dos Campos: INPE, 2009. Texto escrito por Gerald J. F. Banon e Eduardo W. Bergamini. (INPE--/). Disponível em: <<u>http://urlib.net/sid.inpe.br/mtc-m18@80/2009/07.24.16.18</u>>. Acesso em: 12 abr. 2010.

[38] DINIZ, A.E., MARCONDES F.C.COPPINI, N.L. **Tecnologia da usinagem dos materiais**. 6. ed. São Paulo: Artliber Editora..,2008. p.95.

[39] SANDVIK COROMANT.**Catálogo principal. -** ferramentas de corte. [S.l.]: Sandik Coromant, 2009.

[40] FERRARESI, D. Otimização das condições de usinagem em produção seriada. **Máquinas e Metais**, n. 286, p. 24-37, 1989.

[41] MITSUBISHI CARBIDE. Ferramentas de metal duro para usinagem. Mitsubishi Materials Corporation, 2001-20025, CB005PB.

[42] MIRANDA, G. W A.**Uma contribuição para aplicações em controle adaptativo otimizado no torneamento**. Campinas: UNICAMP. Faculdade de Engenharia Mecânica, 1997.

[43] SILVA, O.M.M. **Processamento e caracterização do nitreto de silício aditivado com carbonato de ítrio e concentrado de terras raras**. Tese (Doutorado) - FEG–UNESP,2000. 169p.

[44] NARUTAKI, N.; UAMANE, Y.;TASHIMA, S.; KUROKI, H. New advanced ceramic for dry machining. **CIRP Annals Manufacturing Technology**, v. 46, n. 1, 1997.

[45] RICE, R.W. Micromechanics of microstructural aspects of ceramic wear. **Ceram. Eng. Sci. Proc.**, v. 6, p. 940, 1985

[46] GONZALES, R.V.B. **Rugosidade superficial.** São Paulo: Mitutoyo do Brasil, 1994. Manual Técnico.

[47] SILVA, R.F. Cinética de sinterização e desgaste de pastilhas de corte do sistema Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-CeO-AlN. Tese (Doutorado) - Universidade de Aveiro, Portugal , 1992.

[48] BULJAN, S.T.; WAYNE, S.F. Wear and design of ceramics cutting tool materials. **Wear**, p.133-309, 1989.

[49] GAUATIER, G. P.; KATO, K. Wear mechanisms of silicon nitride, partially stabilized zirconia and alumina in unlubricated sliding against steel. Wear, 162, 1993, 305.

[50] OLIVEIRA, C. J. G. **Desgaste e projeto de ferramentas de corte cerâmico.** Trabalho (Pós- Graduação\_ - Unicamp, Campinas, 1991.

[51] NOVASKI, O. **Materiais para ferramentas.** Dissertação (Mestrado) - Unicamp, Campinas, 1990.

[52] DAWSON, S. The SinterCast process and compacted graphite iron. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON LATEST AND BEST IN MELTING AND METAL TREATMENT EN FERROUS AND NON FERROUS FOUNDRIES, 1994, Conventry, England. **Proceedings...**, [S.l.:s.n.], 1994.

[53] SOUZA, J. V. C. Desenvolvimento de pastilhas cerâmicas à base de  $Si_3N_4$  para aplicações tribológicas. 2005. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – UNESP, Guaratinguetá, 2005.

[54] CHIAVERINI, V. **Tecnologia mecânica** 2ed. São Paulo: McGraw, 1986. p.146-168.

[55] DIAS, A.M.S.; MIRANDA, J.S.; GODOY, G.C.; Avaliação da tenacidade à fratura através do ensaio de indentação em pastilhas de metal duro. **Revista Matéria**, v. 14, n. 2, p. 869 – 877, 2009.

[56] MESSING, G. L.; MARKHOFF, C. J.; MCCOY, L. G. Characterization of ceramic powder compaction. **Ceram. Bull.** Pennsylvania State University, v.61, n.8, 1982.

[57] JONES, M. I.; VALECILLOS, M. C.; HIRAO, K.; YAMAUCHI, Y. Grain growth in microwave sintered Si3N4 ceramics sintered from different starting powders **Journal of the European Ceramic Society**, v.22, p.981-988, 2002.

[58] JCPDS. Selected powder diffraction data for metals and alloys. Newton Square, PA: Joint Committee on Powder Diffraction Standards, 1978.

[59] CILAS LASER PARTICLE SIZE ANALYZERS. **Fraunhofer theory**. Disponível em: <a href="http://www.cilasus.com/theory/ffrau.html">http://www.cilasus.com/theory/ffrau.html</a>. Acesso em 16 fev. 2010.

[61] ONODA, G. Y. J., HENRY, L. L. **Ceramic processing before firing**. New York: John Wiley & Sons, 1978.

[62] TRENT, E.M.; WRIGHT, P.K. **Metal cutting**. 4. ed. Butterworth-Heinemann, 2000. 446p.