

**FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS**

JOAQUIM LOPES PEREIRA

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS À BASE DE Si_3N_4 PARA
APLICAÇÕES ESTRUTURAIS**

VOLTA REDONDA - RJ

2016

FUNDAÇÃO OSWALDO ARANHA
CENTRO UNIVERSITÁRIO DE VOLTA REDONDA
PRO-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE MESTRADO PROFISSIONAL EM MATERIAIS

JOAQUIM LOPES PEREIRA

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS À BASE DE Si_3N_4 PARA
APLICAÇÕES ESTRUTURAIS**

Dissertação apresentada ao Mestrado Profissional em Materiais do Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA como requisito obrigatório para obtenção do título de Mestre em Materiais, sob orientação do Prof. Dr. Ricardo de Freitas Cabral, na área de concentração de Processamentos e Caracterização de Materiais Cerâmicos, linha de pesquisa de Materiais Cerâmicos.

Aluno:

Joaquim Lopes Pereira

Orientador:

Ricardo de Freitas Cabral

Co-Orientador:

Jose Vitor Candido de Souza

VOLTA REDONDA - RJ

2016

FICHA CATALOGRÁFICA

Bibliotecária:Alice Tacão Wagner - CRB 7/RJ 4316

P436dPereira, Joaquim Lopes.
Desenvolvimento de cerâmicas à base de Si₃N₄ para aplicações estruturais.
/Joaquim Lopes Pereira. - Volta Redonda: UniFOA, 2016.

89p. : II

Orientador(a): Dr.Ricardo de Freitas Cabral

Dissertação (Mestrado) – UniFOA / Mestrado Profissional em
Materiais, 2016

1. Materiais - dissertação. 2.Ferramentas – Si₃N₄. 3.Usinagem. 4. Aplicações estruturais.I. Cabral, Ricardo de Freitas. II. Centro Universitário de Volta Redonda. III. Título.

CDD – 620.1

FOLHA DE APROVAÇÃO

Aluno: Joaquim Lopes Pereira

**DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS A BASE DE Si_3N_4 PARA
APLICAÇÕES ESTRUTURAIS**

Orientador:

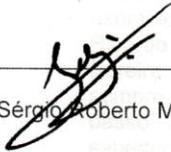
Prof. Dr. Ricardo de Freitas Cabral

Coorientador Prof. Dr. José Vitor Candido de Souza

Banca Examinadora



Prof. Dr. Ricardo de Freitas Cabral



Prof. Dr. Sérgio Roberto Montoro



Profa. Dra. Évely Madeleine Bento dos Santos

DEDICATÓRIA

Dedico esta dissertação aos meus exemplos de vida, Dr. José Vítor, Dr. Ricardo Cabral e aos meus pais, Valtair Pereira e Maria Lopes Pereira, que sempre me estimularam a dar este grande passo. Estas pessoas com muita sabedoria, discernimento, bom senso e dedicação estiveram ao meu lado, me encorajando nas horas difíceis e me aplaudindo nos momentos de glória. Obrigado por serem meus pais e obrigado por me orientar, profissional correto e competente, fonte de inspiração, apoio e ensino diário.

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente a Deus, por me dar o dom da vida, e me permitir chegar até aqui com saúde, mesmo passando por muitas batalhas, nunca me deixando faltar forças para seguir em frente mesmo com vontade de abandonar tudo por diversas vezes.

Ao professor Dr. Ricardo Cabral, ao professor Dr. José Vitor, que me orientaram com sabedoria, determinação, paciência e perseverança no desenvolvimento de todo trabalho. Gostaria de ratificar a sua competência, participação com discussões, correções, revisões sugestões que fizeram com que concluíssemos este trabalho.

Ao professor Dr. Claudinei dos Santos, pela excelente coordenação do curso, mas também pelos encorajamentos diante dos desafios e pela sua energia.

A BrMetal's Fundições em nome de Flavio Paneto e Taíse Azevedo de Sousa, pelo empenho e ajuda no fornecimento dos corpos de prova para teste desse produto.

Aos amigos professores da ETPC - Escola Técnica Pandiá Calógeras, pelo apoio e colaboração, em especial aos professores Bertier Werneck e Paulo Felipe por colaborarem efetivamente com o desenvolvimento deste.

À minha mãe Maria Lopes Pereira, que teve paciência de me esperar durante todo o transcorrer do curso e entender minha ausência aos domingos, e também por suportar ao meu lado meus momentos de tensão. Ao meu pai Valtair Pereira, que muito desejou que eu concluísse este Mestrado.

Ao meu filho Bruno, por, acima de tudo, ser tudo e suportar com paciência meus momentos de tensão e ausência para diversão, obrigado filho.

A todos os meus amigos e amigas que sempre estiveram presentes me aconselhando e incentivando com carinho e dedicação.

A todas as pessoas que, direta ou indiretamente, contribuíram para a execução dessa Dissertação de Mestrado.

RESUMO

Os processos de usinagem consomem bilhões de dólares no mundo. Estima-se que mais de 100 bilhões de dólares são gastos anualmente, e que esse total poderia ser reduzido em 20% se fossem escolhidas as condições e a ferramenta correta. Grande parte dos valores gastos nos processos de usinagem é atribuída às ferramentas e aos tempos improdutivos, sendo assim, melhorias nos processos de usinagem podem significar importante economia na fabricação peças por usinagem. Com objetivo de atender as necessidades das empresas que utilizam ferramentas cerâmicas em seus processos de usinagem, esse trabalho apresentou um caminho específico na caracterização da ferramenta cerâmica a base de Nitreto de Silício para aplicações estruturais, e com potencial de aplicação nas ligas de ferros fundido, com um baixo custo de aquisição, pois as ligas de ferramentas similares existentes no mercado apresentam altos preços de compra. Essas ferramentas cerâmicas têm grande potencial de usinagem de ligas resistente ao calor, com destaque para os ferros fundidos, as ligas de níquel, aços endurecidos, e outros. Dentre as ferramentas cerâmicas, aquelas à base de nitreto de silício vêm apresentando grande potencial na usinagem dos ferros fundido. Porém, a sua maior limitação está, em ser uma ferramenta importada, que, por consequência, é sinônimo de aumento do custo nos processos de fabricação, reduzindo assim a competitividade das indústrias no mercado. Fundamentado nas informações acima, esse projeto tem como objetivo testar as ferramentas cerâmicas à base de nitreto de silício (Si_3N_4) desenvolvidas no Brasil, na usinagem por torneamento do ferro fundido nodular. Para tal, as ferramentas foram primeiramente caracterizadas quanto às suas propriedades físicas e mecânicas, por Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), Difração de Raios-X, microdureza e densidade relativa.

Palavra Chave: Ferramentas de Si_3N_4 , usinagem, aplicações estruturais.

ABSTRACT

Machining processes consume billions of dollars in the world. It is estimated that more than 100 billion dollars are spent each year, and that total could be reduced by 20% if they were chosen the conditions and the right tool. Much of the amounts spent in machining processes is attributed to the tools and downtimes, and thus improvements in machining processes can mean significant savings in manufacturing parts for machining. In order to meet the needs of companies that use ceramic tools in their machining processes, this work presents a specific path in the characterization of ceramic tool based Silicon Nitride for structural applications, and with potential application in alloy cast irons, with a low cost, because the alloys of similar tools on the market have high purchase prices. These ceramic tools Teem great potential for machining heat-resistant alloys, especially the cast iron, nickel alloys, hardened steels, and others. Among the ceramic tools, those of silicon nitride have shown great potential in the machining of cast irons. But its greatest limitation is, to be an imported tool, which, therefore, is synonymous with increased cost in manufacturing processes, thus reducing the competitiveness of industries in the market. Based on the above information, this project aims to test the ceramic tool silicon nitride based (Si_3N_4) developed in Brazil, for machining nodular cast iron turning. To this end, the tools were first characterized as to their physical and mechanical properties, by Scanning Electron Microscope (SEM), X-ray diffraction, hardness and relative density.

Keyword: Tools Si_3N_4 , machining nodular cast iron, structural applications

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Divisão dos custos de produção	25
Figura 2 Grandezas do processo de usinagem por torneamento.....	29
Figura 3 Torneamento radial – Faceamento.	30
Figura 4 Evolução da v_c (velocidade de corte)	31
Figura 5 Desgaste de cratera de uma ferramenta de corte.....	34
Figura 6 Desgaste de flanco de uma ferramenta de corte	34
Figura 7 Desgaste de entalhe em uma ferramenta de corte	35
Figura 8 Lascamento de uma ferramenta de corte.....	36
Figura 9 a) Ferro fundido cinzento, b) ferro fundido vermicular, c) Ferro fundido nodular e d) Ferro fundido branco.	40
Figura 10 Exemplo da modificação da microestrutura pela modificação da composição química. Efeito da adição de elementos nodulizantes.....	41
Figura 11 Comparação da usinabilidade entre os ferros fundidos	42
Figura 12 Etapas na produção das ferramentas	46
Figura 13 Geometria da ferramenta de corte.	53
Figura 14 Vista da prensa hidráulica uniaxial utilizada na compactação das pastilhas.	54
Figura 15 Vista da matriz com dimensões 16,36x16, 36x7,5 mm	55
Figura 16 - Vista geral da prensa isostática KIP 100 E Paul Weber.....	56
Figura 17 - Detalhe da câmara de prensagem isostática.	56
Figura 18 - Balança eletrônica utilizada para determinação da massa-específica. ...	58
Figura 19 Forno utilizado na sinterização das amostras.	59
Figura 20 Vista dos cadinhos de grafite.	60
Figura 21 Microscópio Eletrônico de Varredura	64
Figura 22 Desenho esquemático da indentação Vickers.	65

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Especificações do nitreto de silício, Si_3N_4 , utilizado nesse trabalho.	47
Tabela 2 Propriedades do óxido de ítrio utilizado neste trabalho.....	48
Tabela 3 Especificação da alumina, Al_2O_3 , utilizada nesse trabalho.	49
Tabela 4 – Especificações do nitreto de alumínio, AlN , utilizado nesse trabalho.....	50
Tabela 5 - Composição da mistura utilizada na execução do trabalho.	51
Tabela 6 Massas específicas utilizadas para os cálculos.	62
Tabela 8 Mostra os valores de densidade relativa, perda de massa e retração linear das cerâmicas.	73
Tabela 9 Dureza e tenacidade à fratura.....	81

LISTA DE SÍMBOLOS

χ_r - Ângulo de posição;

β_0 - Média global de todas as observações;

β_1 - Metade do coeficiente global de A;

β_2 - Metade do coeficiente global de B;

β_{12} - Metade do coeficiente global da interação AB;

χ_1 e χ_2 - São as variáveis denotadas respectivamente de -1 e +1;

$\chi_1\chi_2$ - Termo do produto cruzado que representa a interação entre estas variáveis;

ε - Termo aleatório;

σ_f - Resistência à fratura;

γ_1 - Energia específica da fratura;

E - Módulo de elasticidade;

c - Tamanho de defeito crítico;

Y - Fator geométrico;

Fc - Força cortante;

Ft - Força de avanço;

Fp - Força de Profundidade;

Fu - Força de Usinagem;

Vc - Velocidade de corte;

d - Diâmetro torneado;

n - Número de rotações por minuto;

f - Avanço em mm/vol;

° - Grau;

h – espessura de corte;

ap – profundidade de corte;

b – largura de usinagem;

CD- profundidade de cratera;

AFW - desgaste de flanco médio;

MFW - desgaste de flanco máximo;

WS - desgaste de entalhe;

$VB_{m\acute{a}x}$ - Desgaste de flanco máximo;

KT - Profundidade da cratera.

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas

ASTM - American Standard for Testing Materials

ISO - International Standards Organization

DIN - Deutsches Institute fur Normung

MSR - Método de Superfície de Resposta

HSC - Usinagem a Altas Velocidades

HPHT - Altas Pressões e Altas Temperaturas

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	17
1.MOTIVAÇÃO	19
2.OBJETIVOS	20
3.JUSTIFICATIVAS	21
4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	22
4.1 Materiais Cerâmicos.....	22
4.2 Usinagem	24
4.3 Usinagem a seco.....	26
4.4 Materiais para ferramenta de corte	27
4.5 Torneamento	28
4.6 Usinagem com pastilhas de Si_3N_4	30
4.7 Principais Mecanismos de Desgaste.....	32
4.8 Desgaste nas ferramentas de corte	32
4.8.1 Desgaste de cratera	33
4.8.2 Desgaste de flanco.....	34
4.8.3 Desgaste de entalhe	35
4.8.4 Lascamento.....	36
4.9 Usinabilidade dos materiais.....	36
5. GENERALIDADES DE ALGUMAS LIGAS METÁLICAS	38
5.1 Ferros fundidos	38
5.2 Tipos de Ferros fundidos.....	39
5.2.1 Ferro fundido cinzento.....	39
5.2.2 Ferro fundido branco	39
5.2.3 Ferro fundido mesclado.....	39
5.2.4 Ferro fundido maleável.....	39

5.2.5 Ferro fundido vermicular.....	40
5.2.6 Ferro fundido nodular	40
5.3 Usinabilidade dos ferros fundidos	41
6. MATERIAIS E MÉTODOS	46
6.1 Materiais Utilizados	47
6.1.1 Nitreto de Silício (Si_3N_4)	47
6.1.2 Óxido de Ytrio (Y_2O_3)	48
6.1.3 Óxido de Alumínio (Al_2O_3)	48
6.1.4 Nitreto de Alumínio (AlN)	49
6.2 Fabricação e caracterização da ferramenta desenvolvida	50
6.2.1 Composição das misturas	50
6.2.2 Prensagem uniaxial a frio	51
6.2.3 Prensagem isostática a frio	51
7. PRODUÇÃO DAS FERRAMENTAS CERÂMICAS	53
7.1 Preparação das amostras	53
7.2 Massa específica do material	57
7.3 Sinterização.....	58
8. CARACTERIZAÇÕES	60
8.1 Propriedades Físicas.....	61
8.1.1 Densidade de massa aparente.....	61
8.2 Propriedades Morfológicas.....	62
8.2.1 Análise por difração de raios-x	62
8.2.2 Microestrutura	63
8.3 Propriedades Mecânicas.....	64
8.3.1 Dureza vickers [HV].....	64
8.3.2 Tenacidade à fratura (kic).....	65
9. RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	67

9.1 Propriedades físicas.....	67
9.1.1 Análise por difração de raios-X	67
9.1.1 Densidades Relativas, Perda de Massa e Retração Linear	71
9.1.2 Análises das Fases Presentes nas Cerâmicas Sinterizadas.....	73
9.1.3 Análises das Microestruturas das Cerâmicas.....	76
9.2 Propriedades Mecânicas	81
9.2.1 Dureza e tenacidade à fratura das cerâmicas	81
9.2.2 Tenacidade à fratura (K _{Ic}).....	82
10. CONCLUSÕES	83
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	85

1. INTRODUÇÃO

Os processos de fabricação podem ser definidos como a arte e a ciência de transformar os materiais em produtos finais utilizáveis num contexto de economia de mercado. Entre estes, o estudo da usinabilidade de ligas resistente ao calor, como o ferro fundido, são de fundamental importância para as indústrias automobilísticas, agrícolas, ferroviárias e outras. Para a usinagem dessas ligas, se faz necessário o uso de ferramentas de corte com propriedades especiais, tais como, Diamante, Nitreto de Boro Cúbico (CBN), Nitreto de Alumínio e Silício (SiAlON), Óxido de Alumínio (Al_2O_3), Nitreto de Silício (Si_3N_4) e outras, que possam apresentar elevada resistência ao desgaste e dureza a quente. Contudo, o uso dessas ferramentas no mercado brasileiro é sinônimo de aumento de custo no processo de fabricação, devido ao alto custo das mesmas que são em sua maioria importadas.

Dentre as ferramentas de corte, vale destacar que as ferramentas de materiais cerâmicos vêm apresentando significativos avanços científicos e tecnológicos em suas aplicações (SOUZA, 2008).

As ferramentas de materiais cerâmicos surgiram em 1938, na Feira de Leipzig (Alemanha). Nesse evento, foram realizadas as primeiras demonstrações com ferramentas de corte à base de alumina. Com o aperfeiçoamento dos estudos, as ferramentas de materiais cerâmicos puros foram apresentadas com sucesso na Feira de Chicago em 1956, mas definitivamente, os materiais cerâmicos começaram a ser utilizados em uma porcentagem considerável, na década de 80, depois de seguidos desenvolvimentos no campo das propriedades mecânicas das cerâmicas (SILVA, 2000).

Segundo a Comissão de Cerâmica Avançada, os materiais cerâmicos constituem uma tecnologia viabilizadora de produtos e equipamentos de ponta, gerando efeito multiplicador na economia, com índice de alavancagem de 11 para 1, ou seja, cada unidade monetária investida nesses materiais viabiliza ou exerce forte influência em um mercado de produtos onze vezes maior.

Mesmo demonstrando seu potencial, ainda existem muitas restrições quanto à aplicação de ferramentas cerâmicas nos processos de usinagem, devido às dificuldades de aumento da tenacidade à fratura, diminuição da quantidade e do tamanho de micro-defeitos e diminuição do grau de dispersão de valores de resistência mecânica (SOUZA, 2009).

Tudo isso afeta diretamente a confiabilidade desses materiais, que estão sujeitos às intensas solicitações mecânicas, físicas e químicas durante os processos de usinagem. De maneira geral, pode-se dizer que a fragilidade é a característica limitante dos materiais cerâmicos, pela sua elevada dureza, esses rompem drasticamente após terem sofrido pequena ou nenhuma deformação plástica (SOUZA, 2009).

2. MOTIVAÇÃO

Nos últimos anos, o consumo racional de energia, a poluição do ar e os resíduos industriais têm despertado especial atenção por parte das autoridades públicas. O meio ambiente tornou-se um dos assuntos mais importantes dentro do contexto da vida na atualidade, pois sua deterioração implicará em danos para a população e, conseqüentemente, aceleração no processo degenerativo da espécie humana.

Motivados pela pressão dos órgãos ambientais, os parlamentares têm elaborado leis cada vez mais rigorosas no sentido de proteger o meio ambiente, preservar e otimizar os recursos energéticos. Todos esses fatores têm influenciado as indústrias, os centros de pesquisas e as universidades a pesquisarem e desenvolverem os processos de produção alternativos, criando tecnologias que minimizem ou evitem a produção de resíduos que agridam ao meio ambiente. Recentemente, as indústrias tinham como objetivo principal a fabricação de produtos visando somente satisfazer aspectos tecnológicos e econômicos.

Agora, a usinagem a seco tem despertado a atenção de pesquisadores e técnicos da área, como alternativa aos fluidos tradicionais. Com base no exposto, esse projeto pretende ampliar o desenvolvimento da tecnologia nacional de fabricação de ferramentas de corte de materiais cerâmicos para processos de usinagem a seco, contribuindo para uma tecnologia ambientalmente correta e limpa, diminuindo os custos operacionais e a agressão ao ambiente que vivemos.

3. OBJETIVOS

O presente trabalho tem como objetivo a caracterização de ferramentas cerâmicas à base de Si_3N_4 .

Ampliar o desenvolvimento da tecnologia nacional de fabricação de materiais cerâmicos para aplicações estruturais, contribuindo para uma tecnologia ambientalmente correta.

Obter propriedades físicas e mecânicas como: baixa porosidade, densidade relativa superior a 97 % D.T., microdureza de 16 a 18GPa e tenacidade à fratura de 4,5 a 6 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$.

Alcançar quantidades dissimilares de aditivos óxido de ítrio(Y_2O_3), nitreto de alumínio(AlN), e alumina(Al_2O_3), que levasse a produção de materiais cerâmicos a base de nitreto de silício com boas propriedades.

Destacar as cerâmicas à base de nitreto de silício, com densidade relativa elevada e microestrutura otimizada, aumentando sua tenacidade à fratura, propriedade esta, mais comprometida para os materiais cerâmicos, pois esta já possui vantagens como:

- Alta dureza a quente e a frio;
- Alta resistência ao desgaste;
- Alta estabilidade química, mesmo em altas temperaturas;

4. JUSTIFICATIVAS

Com o atual desenvolvimento das indústrias, crescem também as necessidades de desenvolvimento de novos materiais e melhoria dos processos de fabricação. A usinagem tem uma boa parcela no custo final dos produtos, por isso é importante o desenvolvimento de materiais para ferramentas de corte que possibilitem trabalhar com velocidades de corte cada vez maiores e a um custo cada vez menor. As tecnologias de produção e aplicação de ferramentas de corte são estrategicamente interessantes para o país, promovendo avanços tecnológicos e reduções de custos.

Espera-se que esse projeto promova avanços na obtenção de propriedades da ferramenta a ser desenvolvida, com conseqüente melhoria da resistência mecânica, confiabilidade, redução de custo e melhora nos processos de usinagem.

Apesar das ferramentas cerâmicas apresentarem importantes avanços na usinagem de ferro fundido, existe poucos estudos relacionados à aplicação de ferramentas cerâmicas desenvolvidas no Brasil na usinagem de ligas resistente ao calor.

Atualmente, as ferramentas cerâmicas são produzidas em sua totalidade no exterior, sendo estrategicamente interessante o domínio da tecnologia de fabricação desses produtos no Brasil. Desta forma, pode-se evitar ou reduzir a sua importação, criando um produto com tecnologia nacional, que levará à redução de custo dessas ferramentas e dos materiais usinados.

5. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

5.1 Materiais Cerâmicos

A revisão bibliográfica desse trabalho foi constituída com base em livros, periódicos e artigos publicados em congressos, procurando obter informações mais atuais possíveis com suporte teórico e experimental favorável para a realização do trabalho. Foram abordados assuntos importantes como: materiais cerâmicos e usinagem.

As cerâmicas são definidas como materiais essencialmente sólidos e compostos em grande parte por materiais inorgânicos. Essa definição inclui não somente materiais como louças, porcelanas, refratários, cimentos, abrasivos e vidros, mas também materiais magnéticos não-metálicos e uma variedade de outros produtos (ACCHAR 2000).

Um novo interesse nos materiais cerâmicos é focalizado nos avanços dos últimos anos na ciência dos materiais, com o desenvolvimento de novos materiais cerâmicos com propriedades únicas, utilizados em aplicações avançadas.

As cerâmicas avançadas são substâncias inorgânicas, iônicas ou covalentes, possuindo propriedades específicas que as levam a uma série de aplicações tecnológicas, se destacando pela sua ampla utilização, óxidos de alumínio (Al_2O_3), de zircônio (ZrO_2), nitreto de silício (Si_3N_4), nitreto de boro (BN) e de alumínio (AlN) e carbetos de silício (SiC) e de boro (B_4C).

Cerâmicas estruturais à base de nitreto de silício (Si_3N_4) têm sido intensivamente investigadas devido às suas propriedades termomecânicas, tais como a alta resistência à fluência e estabilidade estrutural em temperaturas elevadas.

Um dos principais inconvenientes encontrados na sua fabricação é a dificuldade de densificação durante a etapa de sinterização. Dada esta dificuldade, faz-se necessária a utilização de aditivos que fundem em temperaturas inferiores às da sinterização, promovendo a formação de uma fase líquida que envolva as partículas do material base, molhando-as em condições favoráveis e facilitando os processos difusionais responsáveis pela redução da porosidade e transformação de fases durante o processo de sinterização.

Como resultado da aplicação de tais aditivos, as principais propriedades de nitreto de silício em altas temperaturas tendem a sofrer degradação. Por outro lado, hoje é bem conhecido que a classe de soluções sólidas de Si_3N_4 , denominadas SiAlONs (α ou β), possui muitas vantagens em relação às cerâmicas de Si_3N_4 tradicionais, devido à incorporação de grande parte dos elementos presentes nos aditivos na estrutura cristalina do Si_3N_4 durante a sinterização. Assim, diminui-se a quantidade de aditivos, e conseqüentemente, melhora-se as propriedades mecânicas em temperaturas elevadas, principalmente, a resistência à oxidação e à fluência.

As ligações químicas presentes no Si_3N_4 são de caráter fortemente covalente (aproximadamente de 70%) (PEREIRA, 2013). O Si_3N_4 ocorre sob duas diferentes estruturas cristalinas denominadas α e β - Si_3N_4 . A estrutura do β - Si_3N_4 é composta por camadas de Si e N, formando uma seqüência de empacotamento, e canais ao longo de uma direção. A estrutura do α - Si_3N_4 é composta pelas mesmas camadas além de outras camadas que são similares às anteriores, exceto por uma rotação de 180° em torno de um eixo central, o que faz com que os canais existentes ao longo dessa direção, se fechem em dois interstícios nesta estrutura.

A fase α - Si_3N_4 é estável em temperaturas inferiores a temperaturas de aproximadamente 15000C , e a fase β - Si_3N_4 em temperaturas elevadas. Durante a sinterização via fase líquida do Si_3N_4 , a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ ocorre através de mecanismos de solução-reprecipitação, e é facilitada pela alta solubilidade dos íons Si_{3+} e N_{4+} na fase líquida, constituindo-se em uma transformação reconstrutiva. A energia de ativação para essa transformação é similar à energia de dissociação da

ligação de Si-N, igual a 435 ± 38 kJ.mol⁻¹ (CAVALCANTI, C.B.C., 1994; SILVA, V.A., 1998). Com o aumento da temperatura, a fase α - Si₃N₄ torna-se instável com relação à fase β - Si₃N₄, propiciando a transformação $\alpha \rightarrow \beta$.

4.2 Usinagem

A usinagem pode ser entendida como sendo um processo de fabricação com remoção de cavaco, conferindo à peça a forma ou as dimensões ou acabamento necessário, baseado no movimento relativo entre a ferramenta de corte e a peça (MOREIRA, 2002).

A usinagem é reconhecidamente o processo de fabricação mais popular do mundo, transformando em cavacos algo em torno de 10% da produção de metais e empregando milhões de pessoas. Apesar de toda essa popularidade, trata-se de um processo ainda bastante imprevisível.

Possui ainda a peculiaridade de ser um processo essencialmente prático, mas envolvendo um número bastante grande de variáveis, tornando muito difícil fazer uma previsão do que ocorre durante o andamento do processo.

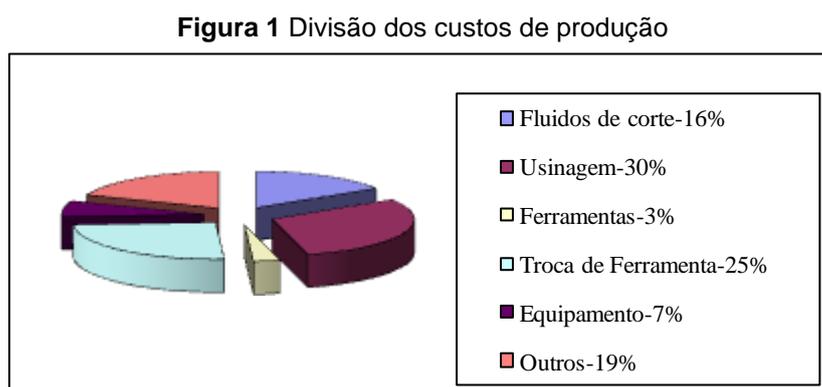
Assim, tornam-se necessários estudos para que se tenha um aumento do desempenho das operações de usinagem, através da vida da ferramenta, forças de corte, potência consumida e superfície final da peça, para uma melhoria do desempenho econômico das operações de usinagem (HUANG, 2000).

A evolução dos materiais, de um modo geral, tem demandado muito dos processos de fabricação, dentre eles os de usinagem. O surgimento de novos materiais e coberturas para ferramentas de corte vem como resposta a esse desafio. Os fabricantes de máquinas por sua vez acompanham essa evolução com máquinas cada vez mais rápidas e eficientes, assim como há atualmente a disponibilidade de programas CAD/CAM - Desenho Assistido por Computador e de Manufatura Assistida por Computador.

Os materiais para ferramentas de corte, como o diamante sintético policristalino (PCD), *synthetic polycrystalline diamond*, nitreto cúbico de boro (CBN *cubic boron nitride*) e as ferramentas cerâmicas, abriram novas possibilidades de usinagem. Com essa evolução, surgiu recentemente a Usinagem à Altas Velocidades (*HSC Machining at High Speeds*), que utiliza velocidades de corte bem acima das anteriormente utilizadas (WITTING, 2002).

Os custos envolvidos no processo de usinagem são divididos entre ferramentas, equipamentos, fluidos de corte (quando utilizado) entre outros.

A figura 1 mostra a parcela do custo de usinagem que cabe a cada parte (KOPAC, 1998).



Fonte: (KOPAC, 1998).

Apesar do custo com ferramentas ser apenas 3% do custo total de produção, indiretamente a ferramenta tem grande influência nos custos de usinagem.

Dentre estas ferramentas, destacam-se as de cerâmica, como sendo um seguimento promissor na usinagem de várias ligas, somando de 5 a 7% em volume total de insertos (WANG, 2000).

As literaturas especializadas em ferramentas de corte de materiais cerâmicos citam como ponto positivo à utilização dessas sem a presença de fluido refrigerante e em altas velocidades, se destacando nos processos de torneamento, fresamento, furação e retificação (KITAGAWA, K. 1997).

4.3 Usinagem a seco

Existem processos de usinagem com utilização de fluidos de corte que trazem alguns benefícios ao processo, tais como, remoção do calor gerado no corte e que pode afetar a peça de trabalho, redução da fricção, remoção do cavaco da região de corte, e outras reações indesejáveis (LANNA, 2004).

Os custos com usinagem somente nos EUA são estimados em U\$300 bilhões/ano (SOUZA, 2011). Os custos com o uso de fluidos de corte são estimados em aproximadamente 17% dos custos de manufatura. Conseqüentemente, a eliminação do uso de fluidos de corte, se possível, pode ser um importante incentivo (EZUGWU, 2005; POPKE, 1999).

O processo de usinagem sem o uso de fluido refrigerante envolve ausência de efeitos negativos nos processos de corte dos metais. O não uso desses fluidos pode promover efeitos positivos ao meio ambiente, à saúde humana, e promover redução de custos.

Na usinagem a seco, um fator importante é que a ferramenta deve possuir propriedades em altas temperaturas superiores a do material que está sendo usinado, além de haver uma remoção de calor adequada, que evite a acumulação de calor na interface ferramenta/peça, com possibilidade de danificar a ferramenta e/ou a peça (LANNA, 2004).

A remoção de cavacos pode causar danos na superfície das ferramentas, contudo, ao utilizar materiais com alta resistência à temperatura permite que o processo possa produzir desgaste na ferramenta de maneira estável e preservar a integridade da superfície da peça, além de principalmente eliminar os custos de refrigeração, custos de manutenção do sistema de refrigeração, como limpeza e eliminação de vazamentos, redução de riscos de acidentes ambientais (EZUGWU, 2005).

É destacado no mercado que a redução de custos no processo de corte, juntamente com a redução da poluição ambiental é a principal chave para a indústria se manter competitiva e rentável no futuro.

4.4 Materiais para ferramenta de corte

Muitas variáveis afetam as operações de usinagem. Entre elas, os materiais das ferramentas de corte.

As ferramentas de corte são utilizadas de acordo com o material a ser trabalhado, sendo necessário considerar alguns pontos importantes para seleção de uma ferramenta, tais como: boa resistência ao desgaste, alta resistência e tenacidade, alta dureza a quente e a frio, boas propriedades ao choque térmico e adequada estabilidade química em temperaturas elevadas e outros.

Os aços rápidos e metal duro, com e sem cobertura, têm sido muito utilizados, mas as novas classes de cerâmicas surgem como materiais promissores, tais como: Óxido de Alumínio com Carbeto de Titânio ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$), Nitreto de Silício (Si_3N_4), Nitreto de Alumínio e Silício (SiAlON), Óxido de Alumínio com Carbeto de Silício ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$) e Nitreto Cúbico de Boro (CBN).

As ferramentas revestidas de diamante e o diamante sintetizado também surgiram para proporcionar um melhor desempenho, mas tendo como fator limitante o alto custo de aquisição (RICHARDS, 1989).

As ferramentas de corte de materiais cerâmicos têm sido utilizadas na usinagem de várias ligas, entre essas as superligas à base de níquel, ferro fundido e aços endurecidos, apresentando melhoria de vida e acabamento superficial das peças (SOUZA, 2005).

A utilização dessas ferramentas não é tão simples, pois tem contra elas a baixa condutividade térmica, baixa tenacidade à fratura, microdefeitos, levando a

região próxima do contato cavaco-ferramenta-peça atingir temperaturas muito altas (EZUGWU, 1991).

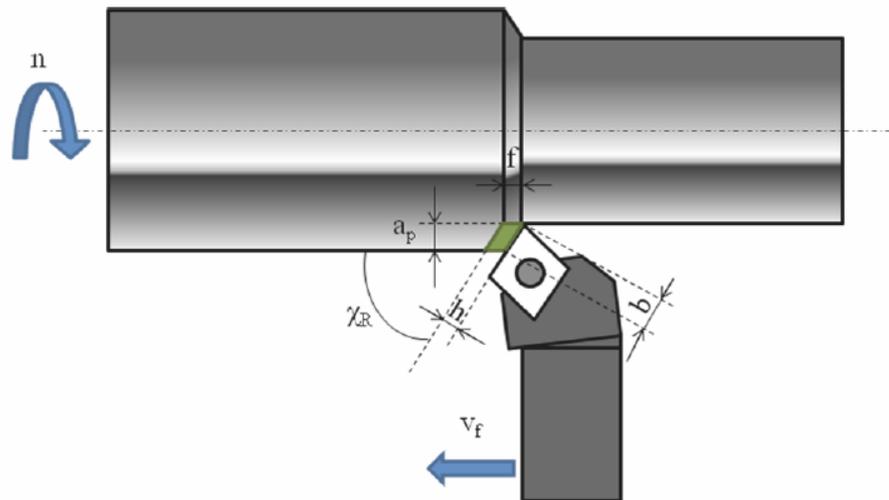
4.5 Torneamento

No torneamento, a peça presa na placa do torno gira em torno de seu próprio eixo. A ferramenta (inserto) é rigidamente presa no porta-ferramenta. Esse conjunto se movimenta com avanço constante ao longo da geratriz da peça, removendo uma camada de metal para formar um cilindro ou uma superfície de formato mais complexo (TRENT, 2000). Na figura 2, temos algumas grandezas influentes do processo de torneamento observados no plano de referência da ferramenta, onde:

- O ângulo de posição da aresta principal de corte (χ_r) é o ângulo entre a aresta principal de corte em graus ($^\circ$) e a direção de avanço medido no plano de referência da ferramenta;
- A profundidade de corte (a_p) é a profundidade ou largura de penetração da ferramenta em relação à peça em mm;
- O avanço (f) é o percurso de avanço em cada volta da ferramenta em mm/rotação (mm/rot);
- A largura de usinagem (b) é a largura calculada da secção transversal de corte em mm, sendo idêntica ao comprimento efetivo da aresta de corte;
- A espessura de corte (h) é a espessura calculada da seção transversal de corte em mm;
- A velocidade de corte (v_c) é definida pela rotação da peça e é medida em metros por minuto (m/min).
- Já a velocidade de avanço (v_f) é determinada pelo movimento de avanço da ferramenta e é medida em milímetros por minuto (mm/min).

O processo de torneamento gera formas cilíndricas em uma peça, com o auxílio de uma ferramenta de corte usinada com uma única aresta e na maioria dos casos, a ferramenta é fixa e a peça que sofre a rotação.

Figura 2 Grandezas do processo de usinagem por torneamento.



Fonte: (Sandvick, 1994)

Segundo a norma NBR 206175, os conceitos básicos de torneamento são:

Torneamento é um processo mecânico de usinagem destinado a obter superfícies através de rotações com a ajuda de uma ou mais ferramentas mono cortantes. Para isso, a peça rotaciona em torno do eixo principal de rotação da máquina e a ferramenta se desloca simultaneamente, segundo uma trajetória coplanar com o referido eixo. Pode ser dividido em retilíneo ou curvilíneo.

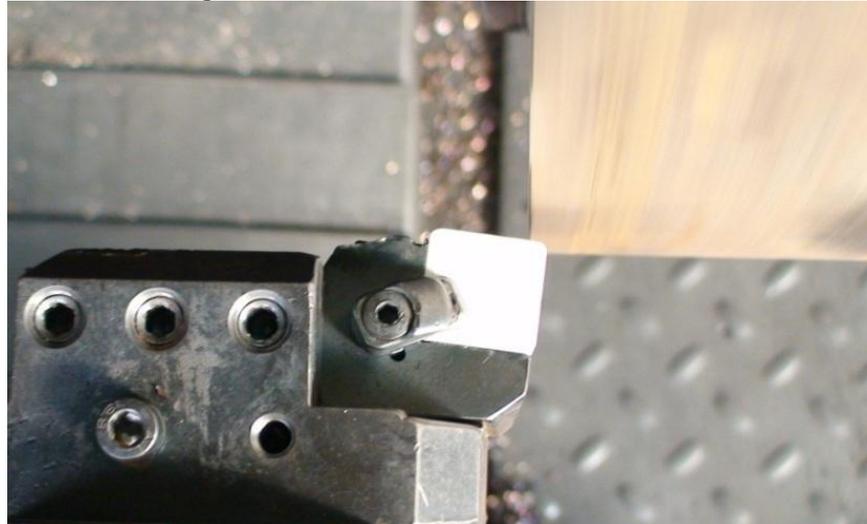
O torneamento retilíneo é um processo no qual a ferramenta se desloca segundo uma trajetória retilínea, podendo ser: cilíndrico, cônico, radial e por perfilamento. O processo de torneamento no qual a ferramenta se desloca segundo uma trajetória paralela ao eixo principal de rotação da máquina chama-se torneamento cilíndrico, podendo ser externo ou interno.

Entende-se que o torneamento cônico é o processo de torneamento no qual a ferramenta se desloca segundo uma trajetória retilínea, inclinada em relação ao eixo principal de rotação da máquina e também pode ser externo ou interno.

No processo de torneamento radial, a ferramenta se desloca segundo uma trajetória retilínea, perpendicular ao eixo principal de rotação da máquina.

Quando o torneamento radial visa à obtenção de uma superfície plana, é denominado faceamento (Figura 3). Quando o torneamento radial visa à obtenção de um entalhe circular é denominado sangramento radial conforme (DINIZ, 2008).

Figura 3 Torneamento radial – Faceamento.



Fonte: (Sandvick, 1994)

4.6 Usinagem com pastilhas de Si_3N_4

Atualmente, tem sido desenvolvidos processos de obtenção de materiais cerâmicos de alto desempenho com ótimos resultados. Entre as aplicações desses materiais avançados, destaca-se a de ferramentas de corte, que exige propriedades singulares do material, como elevada estabilidade química, alta resistência ao choque térmico, elevadas dureza e resistência ao desgaste.

Como características as cerâmicas apresentam elevada resistência ao desgaste (alta dureza); Elevada resistência em altas temperaturas (materiais

refratários); baixa condutividade térmica; Boa estabilidade química (inércia química); sendo ainda insensível quanto à oxidação. Estas características fazem com que o material cerâmico substitua com vantagens o metal duro principalmente quando são empregadas altas velocidades de corte na usinagem contínua de materiais endurecidos.

Exigência:

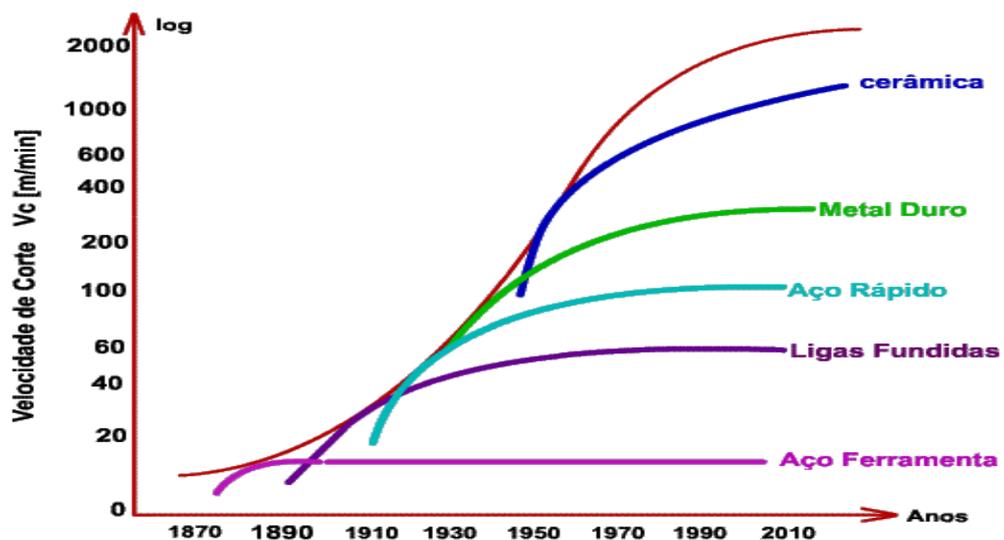
- Tornos com extrema rigidez e potência disponível.

Recomendações:

- Usinagem a seco para evitar choque térmico;
- Evitar cortes interrompidos.

Abaixo, observa-se um gráfico que ilustra a evolução na velocidade de corte com o uso de ferramentas cerâmicas, onde a linha superior ilustra a curva de início de utilização de cada uma delas.

Figura 4 Evolução da v_c (velocidade de corte)



Fonte: (CHILDS, 2000)

4.7 Principais Mecanismos de Desgaste

Em processos de corte em usinagem, uma ou mais formas de desgaste irá prevalecer, e eles se desenvolvem através de vários mecanismos de desgaste.

Nas literaturas, são encontradas várias classificações de mecanismos de desgaste. Estes mecanismos não têm sido claramente estabelecidos, onde várias versões são apresentadas nas tentativas de explicá-los. Nenhuma delas é aceita plenamente por todos proponentes, mas todos concordam que uma superfície plana é constituída de asperezas com formas e distribuição irregulares. Então, quando dois corpos são colocados um sobre o outro executando movimento relativo, ocorrem deformações plásticas e elásticas destas asperezas até que a área real de contato entre elas seja suficiente para suportar a carga do processo.

Entretanto, se uma força tangencial é aplicada a estes dois corpos ocorre um processo de remoção de material, que pode ser maior ou menor dependendo das propriedades metalúrgicas destes, das solicitações térmicas, mecânicas, químicas e outras (RODRIGUES, 2004).

4.8 Desgaste nas ferramentas de corte

Durante o processo de usinagem, a ação do corte muda a forma geométrica original da ferramenta de corte. Ocorre um desgaste progressivo nas ferramentas, tanto na superfície de folga como na superfície de saída. Antes que alguns destes desgastes atinjam grandes proporções, de forma que coloque o processo em risco, a ferramenta deverá ser afiada ou substituída.

A norma ISO 3685/1993, (*“Tool lifetestingwith single point turning tools”*) define os parâmetros que quantificam esses desgastes. Os principais são CD (profundidade de cratera), AFW (desgaste de flanco médio), MFW (desgaste de flanco máximo) e WS (desgaste de entalhe).

O tempo que uma ferramenta de corte trabalha efetivamente antes de ser afiada ou substituída é denominado de “vida da ferramenta de corte”. O fim da vida é determinado por um critério, de forma a manter o processo produtivo em condições econômicas. Os critérios determinados pela norma ISO para ferramentas de aço rápido, de metal duro e de cerâmica, são:

- Desgaste de flanco médio, $VB_B=0,3$ mm.
- Desgaste de flanco máximo, $VB_{máx}=0,6$ mm.
- Profundidade da cratera, $KT=0,06+0,3f$, sendo f o avanço em mm/rotação.
- Falha catastrófica.

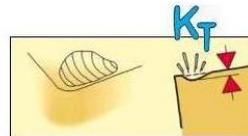
O desgaste nas ferramentas pode ocorrer de diversas formas, pelo menos três e/ou quatro formas principais podem ser identificadas: Desgaste de Cratera, Desgaste de Flanco, Desgaste de Entalhe e Lascamento.

4.8.1 Desgaste de cratera

É o tipo de desgaste que ocorre na superfície de saída da ferramenta, causado pelo atrito entre a ferramenta e o cavaco. Pode não ocorrer em alguns processos de usinagem, principalmente quando se utiliza ferramentas de metal duro recoberto com Al_2O_3 , pois a cobertura com alumina é a mais eficiente contra a craterização. O crescimento do desgaste de cratera resulta na quebra da ferramenta, quando tal desgaste se encontra com o desgaste frontal.

Diversos pesquisadores afirmam ser o mecanismo de difusão o principal causador do desgaste de cratera (ALMEIDA, 2010; Smith, 1994). Na Figura 5 abaixo pode-se observar o desgaste de cratera na superfície de saída da ferramenta.

Figura 5 Desgaste de cratera de uma ferramenta de corte



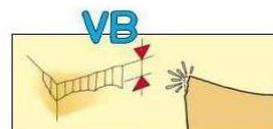
Fonte: (SANDVIK, 2012; ALMEIDA, 2010).

4.8.2 Desgaste de flanco

O desgaste de flanco ou frontal ocorre na superfície de folga da ferramenta, causado pelo contato entre a ferramenta e a peça, sendo o tipo de desgaste mais comum nas ferramentas de corte. Todo processo de usinagem causa desgaste frontal. Este tipo de desgaste ocasiona deterioração do acabamento superficial da peça e, por modificar totalmente a forma da aresta de corte original, faz com que ocorram mudanças dimensionais na mesma, podendo sair da faixa de tolerância.

Este tipo de desgaste aumenta com o aumento da velocidade de corte (ALMEIDA, 2010 e SANDVIK, 2012). Ao analisar a Figura 6 abaixo, observa-se o desgaste de flanco na superfície da ferramenta.

Figura 6 Desgaste de flanco de uma ferramenta de corte



Fonte: (SANDVIK, 2012 e ALMEIDA, 2010).

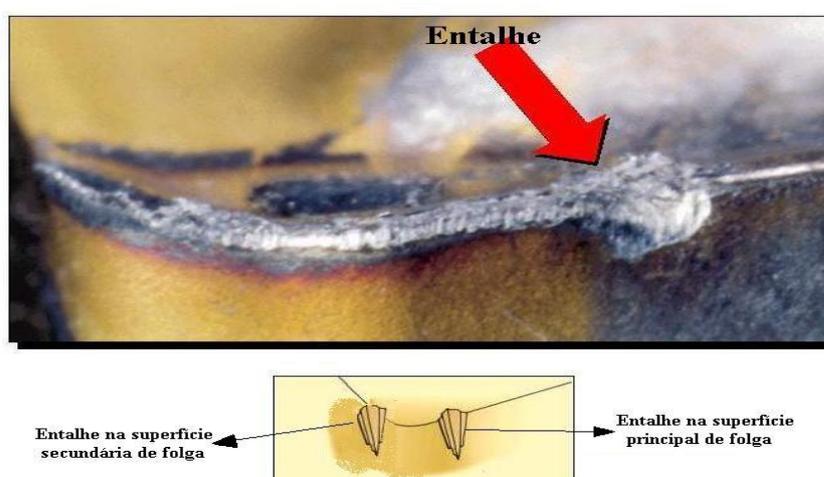
4.8.3 Desgaste de entalhe

Ainda não existe na literatura um consenso que explique exatamente o mecanismo que provoca o desgaste de entalhe. Por essa razão, é comum tratar esta forma de desgaste como um mecanismo. Ele ocorre principalmente na usinagem de materiais a altas temperaturas (ligas de níquel, titânio, cobalto e aço inoxidável). Geralmente, nas regiões que ocorrem estes tipos de desgastes, as condições de escorregamento prevalecem e o mecanismo de desgaste envolve abrasão e transferência de material (difusão e arrancamento) e eles são bastante influenciados pelas interações com a atmosfera.

Existem evidências para sugerir que óxidos se formam continuamente e aderem na ferramenta naquelas regiões, e a quebra das junções de aderência entre óxidos e a ferramenta pode, ocasionalmente, remover material da superfície desta última.

Segundo RICHARDS e ASPINWAL (1989), este tipo de entalhe é formado pelas rebarbas produzidas nas superfícies laterais do cavaco que produzem este desgaste devido ao mecanismo de aderência e arrancamento. Em 2002, Moreira observou na usinagem do Ti_6Al_4V que esse tipo de desgaste pode ocorrer tanto na superfície principal de folga como na superfície secundária de folga da ferramenta, o que se vê na Figura 7.

Figura 7 Desgaste de entalhe em uma ferramenta de corte

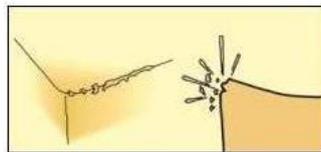


Fonte: (SANDVIK, 2012 e ALMEIDA, 2010).

4.8.4 Lascamento

Ao contrário do desgaste frontal e de cratera, que retiram continuamente partículas muito pequenas da ferramenta, no lascamento (figura 8), partículas maiores são retiradas de uma só vez, podendo levar até a quebra da ferramenta. Ocorrem principalmente em ferramentas com material frágil e/ou quando a aresta de corte é pouco reforçada.

Figura 8 Lascamento de uma ferramenta de corte



Fonte: (SANDVIK, 2012 e ALMEIDA, 2010).

4.9 Usinabilidade dos materiais

A usinabilidade pode ser definida como uma grandeza que expressa, por meio de um valor numérico comparativo (índice de usinabilidade), um conjunto de propriedades de usinagem de um material em relação a outro tomado como padrão. Em outras palavras, pode se entender usinabilidade como o grau de dificuldade de se usinar o material.

Entendem-se como propriedades de usinagem de um material aquelas que expressam seu efeito sobre grandezas mensuráveis inerentes ao processo de usinagem, tais como vida da ferramenta, o acabamento superficial da peça, os esforços de corte, a temperatura de corte, a produtividade e as características do cavaco (DINIZ, 2000).

A usinabilidade depende do estado metalúrgico da peça, da dureza, das propriedades mecânicas do material, de sua composição química, das operações efetuadas anteriormente e do encruamento. Além das condições do material, a usinabilidade também depende das condições de usinagem, das características da ferramenta, das condições de refrigeração, da rigidez do sistema e pelo tipo de operação empregada. Assim, um material pode ter um valor de usinabilidade baixo em certas condições e um valor maior de usinabilidade em outras mais favoráveis.

Embora a dureza e a resistência mecânica sejam fatores importantes na usinabilidade dos materiais, outros fatores também são bastante importantes, como a quantidade de inclusões e de aditivos para melhorar a usinabilidade, a quantidade de partículas duras, a microestrutura, etc. Os valores baixos de dureza e resistência mecânica normalmente favorecem a usinabilidade. Porém, quando se têm materiais muito dúcteis (materiais que se deformam muito plasticamente antes de se romperem), a baixa dureza pode causar problemas, pois favorece a formação de aresta postiça de corte. Os bons valores de usinabilidade são obtidos com um conjugado entre dureza e tenacidade.

Materiais com boa condutividade térmica favorecem a usinagem, pois permite que o calor gerado durante o processo seja rapidamente retirado da região de corte, evitando assim um aquecimento excessivo da ferramenta, reduzindo assim seu desgaste.

Se o material possui alta taxa de encruamento, ele requer uma maior energia para a formação do cavaco reduzindo sua usinabilidade, causando ainda uma camada endurecida na superfície da peça (SOUZA, 2011).

5. GENERALIDADES DE ALGUMAS LIGAS METÁLICAS

Sabe-se que os processos de usinagem de várias ligas metálicas são complexos e reticentes, embora com a utilização de ferramentas cerâmicas existam expectativas de ganhos na forma de redução significativa de tempos de usinagem e aumento da eficiência do processo. Dentre essas ligas, vale destacar as classes de ferro fundido, ligas de níquel, aços endurecidos e outras, materiais esses que podem apresentar melhorias em seus processos de usinagem com o uso de ferramentas cerâmicas, com isso, podemos obter ganhos com a aplicação dessa cerâmica nessas ligas.

5.1 Ferros fundidos

Juntamente com os aços, os ferros fundidos são os materiais mais utilizados pela indústria, sendo aplicados em diversos setores, não só devido às suas características inerentes, mas como também sua imensa versatilidade. Podem apresentar diversas características mecânicas dependendo dos elementos de liga presentes ou do tratamento térmico submetido.

Ferro fundido é a liga ferro-carbono-silício, que apresenta teores de carbono geralmente acima de 2,0%, em quantidade superior à que pode ser retida em solução sólida na austenita, de modo a resultar carbono parcialmente livre, na forma de veios ou lamelas de grafita (CHIAVERINI, 1990, APUD TELLES, 2007).

As propriedades mecânicas como resistência, ductilidade e módulo de elasticidade dependem fortemente da estrutura, da distribuição dos constituintes micro estruturais e as propriedades físicas, como condutividade térmica é fortemente influenciada pela microestrutura. Em qualquer ferro fundido, a característica microestrutural de efeito significativa nessas propriedades é a presença de grafita pura.

Dentre as ligas ferro-carbono, os ferros fundidos constituem um grupo de ligas de importância fundamental para a indústria, pois mediante a introdução de

elementos de liga e de aplicação de tratamentos térmicos adequados, tornou-se possível o emprego do ferro fundido nodular em aplicações antes exclusivas dos aços (CHIAVERINI, 1990).

5.2 Tipos de Ferros fundidos

Existem vários tipos de ferro fundido, cada um apresentando características bem distintas. Um estudo detalhado da aplicação, as propriedades mecânicas desejadas são fundamentais para a escolha correta do tipo de ferro fundido a ser empregado.

5.2.1 Ferro fundido cinzento

Apresenta como elementos de liga fundamentais o carbono e o silício. Neste material, uma parcela relativamente grande do carbono apresenta-se no estado livre (grafita lamelar) e outra parcela no estado combinado Fe_3C (cementita).

5.2.2 Ferro fundido branco

Apresenta como elemento de liga fundamental o carbono e o silício. Devido às condições de fabricação e menor teor de silício, apresenta o carbono quase inteiramente na forma combinada (Fe_3C).

5.2.3 Ferro fundido mesclado

Caracterizado igualmente por uma mescla de proporções variáveis de ferro fundido branco e ferro fundido cinzento.

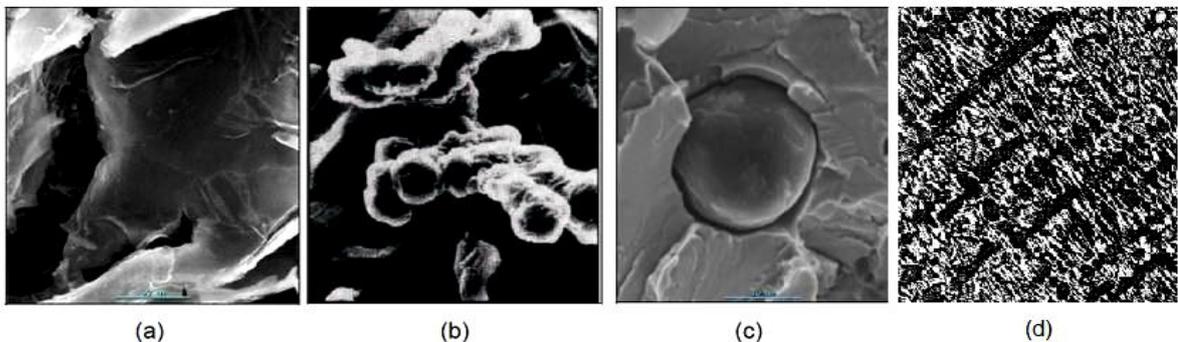
5.2.4 Ferro fundido maleável

Obtido a partir do ferro fundido branco mediante um tratamento térmico (maleabilização) resultando numa transformação de praticamente todo o ferro combinado (Fe_3C) em grafita na forma de nódulos.

5.2.5 Ferro fundido vermicular

Ferro fundido de comercialização recente. Também chamado de ferro fundido de grafita compactada ou seminodular. A presença de titânio reduz a formação de grafita esferoidal. Este material é intermediário entre o ferro fundido cinzento e ferro fundido nodular. Possui a fundibilidade do ferro fundido cinzento com melhor resistência mecânica e alguma ductilidade.

Figura 9 a) Ferro fundido cinzento, b) ferro fundido vermicular, c) Ferro fundido nodular e d) Ferro fundido branco.



Fonte: (Moreira, 2002).

5.2.6 Ferro fundido nodular

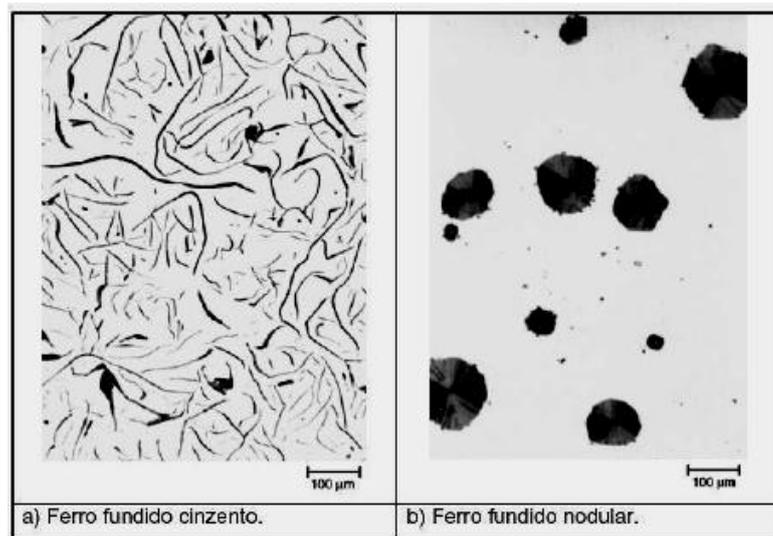
A adição de uma pequena quantidade de magnésio (Mg) e/ou cério (Ce), antes da fundição (figura 10), aos ferros fundidos facilmente grafitizados, pode produzir uma nova microestrutura, juntamente com um conjunto de propriedades mecânicas diferentes. Estes elementos são adicionados para diminuir o teor de enxofre e diz-se que a liga foi dessulfurada. Nódulos ou esferóides, em lugar de veios, de grafita, são nucleados pela adição de Ce ou Mg ao ferro fundido e esses afetam de forma positiva a ductilidade do ferro fundido.

À medida que a liga se resfria, os nódulos crescem pela adição do carbono rejeitado pela austenita. A liga resultante é denominada ferro nodular ou ferro dúctil. O ferro fundido nodular ou dúctil caracteriza-se pela sua ductilidade, tenacidade e resistência mecânica.

Seu limite de escoamento é mais elevado, comparado com o ferro fundido cinzento, e apesar de mais alta pressão específica de corte e resistência, apresenta boa usinabilidade (CHIAVERINI, 1990).

Segundo Boehs (2000), a grafita presente na microestrutura dos ferros fundidos contribui para a boa usinabilidade, tanto pelo fator lubrificação da ferramenta quanto pela descontinuidade que produz na micro-estrutura e, com isto, a ruptura do cavaco em pequenos segmentos, independentemente do processo de usinagem.

Figura 10 Exemplo da modificação da microestrutura pela modificação da composição química. Efeito da adição de elementos nodulizantes



Fonte: (ASM MetalsHandbook, Vol. 9, 2004).

5.3 Usinabilidade dos ferros fundidos

A usinabilidade pode ser definida como uma grandeza comparativa e expressa num conjunto de propriedades de usinagem de um material, isto é, o grau de dificuldade de usinar um determinado material. A usinabilidade depende de uma série de condições intrínsecas ao material, tais como: o estado metalúrgico da peça, da dureza, das propriedades mecânicas do material, de sua composição química, das operações anteriores efetuadas sobre ele.

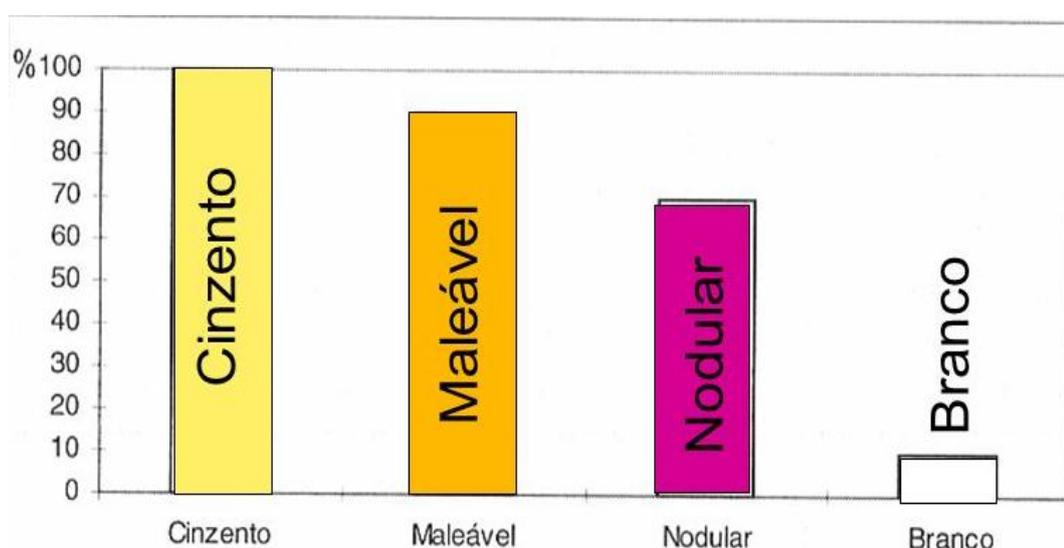
Mas, também de condições de usinagem, das características da ferramenta, das condições de refrigeração, da rigidez do sistema máquina-ferramenta, operação empregada, corte contínuo ou intermitente, condição de entrada e saída da ferramenta, etc. (DINIZ; MARCONDES, COPPINI, 2008).

Genericamente, os ferros fundidos são tidos como materiais que apresentam uma boa usinabilidade, principalmente os cinzentos e nodulares de menor dureza e resistência.

O ferro fundido é um material onde a ocorrência e a distribuição de seus constituintes define sua usinabilidade. Esta não é explicada simplesmente pela composição química, por ensaios de dureza ou de ruptura à tração, destacando-se a microestrutura como sendo um dos principais fatores a influenciar a vida da ferramenta.

A dureza é um bom indicador da microestrutura e também da usinabilidade, porém esta não é uma condição suficiente, pois diferentes microestruturas podem ter distintas propriedades de usinagem com a mesma dureza. Na figura 11 tem-se uma comparação entre os ferros fundidos cinzento, maleável, nodular e branco com respeito à usinabilidade.

Figura 11 Comparação da usinabilidade entre os ferros fundidos



Fonte: (Reuter, 2000).

A influência dos microconstituintes mais comuns na usinabilidade dos ferros fundidos, segundo Silveira (1983), pode ser resumida da seguinte forma:

- Grafita: a presença de grafita no ferro fundido é de suma importância no estudo da usinabilidade, por ser o elemento que determina as propriedades mecânicas. A grafita cria descontinuidades na matriz facilitando com isto a ruptura do cavaco. Além disso, atua como lubrificante sólido e impede a soldagem do material à ferramenta, reduzindo a formação de aresta postiça de corte e, também, as forças de corte.

- Ferrita: trata-se do ferro no estado alotrópico alfa, contendo traços de carbono. Apresenta uma estrutura de grãos poligonais irregulares. A matriz ferrítica pode ser obtida no estado bruto de fundição em alguns tipos de ferro. Com dureza entre 100 a 150 HB, é o microconstituente de melhor usinabilidade, excetuando-se apenas os casos em que se encontra fortemente ligado com cromo, silício e alumínio. Com exceção da grafita, a ferrita apresenta mais baixa dureza em relação a outros constituintes do ferro fundido.

- Perlita: é um microconstituente comum nos ferros fundidos, de média resistência e dureza, com propriedades mecânicas intermediárias entre a ferrita e a cementita. A matriz perlítica combina muito bem sua boa resistência a ruptura e a abrasão com uma boa usinabilidade. Sua dureza se situa entre 150 e 350 HB. A perlita fina é mais resistente e menos usinável, enquanto que a perlita grossa é menos resistente e tem melhor usinabilidade.

Nos ferros fundidos, o carbono que combina com a perlita é função da taxa de esfriamento (SILVEIRA, 1983).

- Steadita: é um constituinte de natureza eutética, compreendendo partículas de fosfeto de ferro (Fe_3P) e carboneto de ferro (Fe_3C). Ocorre em áreas interdendríticas, formando uma segregação, pois essas áreas são as últimas que solidificam. A steadita é dura e quebradiça, influenciando de maneira prejudicial à usinabilidade, melhorando a resistência ao desgaste.

- Cementita: carbonetos livres, ou carboneto de ferro (Fe_3C), se caracteriza pela sua elevada dureza, chegando a 800 HB ou mais. Mesmo em proporção muito pequena, reduz acentuadamente a usinabilidade, acentuando o desgaste da ferramenta, principalmente para altas velocidades, por se tratar de um constituinte altamente abrasivo.

- Austenita: possui baixa condutibilidade térmica e maior tenacidade. Sua presença implica no aumento da velocidade de corte, ângulos de saídas maiores e cuidados especiais com refrigeração e lubrificação (SANTOS, 2003).

A austenita está presente somente nos ferros fundidos com altos teores de Ni, Cu e Mn. A dureza deste microconstituente é de 120 a 160 HB (SILVEIRA, 1983).

Os elementos de liga interferem, também, diretamente na usinabilidade. A determinação da influência dos elementos de liga que compõem os ferros fundidos é bastante difícil, tendo em vista três fatores: a reação entre si desses elementos, seu efeito na microestrutura e a taxa de resfriamento do material na sua fabricação.

O efeito dos elementos químicos mais comuns sobre a usinabilidade dos ferros fundidos pode ser assim analisado:

- Carbono e Silício: o carbono e o silício são os principais elementos de liga. O carbono determina a quantidade de grafita e o silício é um poderoso elemento de grafitização, ou seja, promove a decomposição do carbono combinado (Fe_3C) em ferro e carbono, melhorando, assim, sua usinabilidade.

- Manganês e enxofre: o efeito do enxofre deve ser analisado em conjunto com o teor de manganês no ferro fundido. Quando se forma sulfeto de manganês, o enxofre promove a redução da matriz perlítica. Obtém-se um ganho expressivo na vida da ferramenta quando se faz variar a percentagem de sulfeto de manganês, com teores de enxofre entre 0,02 para 0,12 %. Supõe-se que esse aumento seja consequência do efeito lubrificante adicional proporcionado pelos sulfetos de manganês, reduzindo o atrito e conseqüentemente a temperatura de corte. A presença de uma quantidade maior de enxofre se traduz na formação de maior

número de sulfetos que são responsáveis pela ruptura do cavaco em pequenos fragmentos.

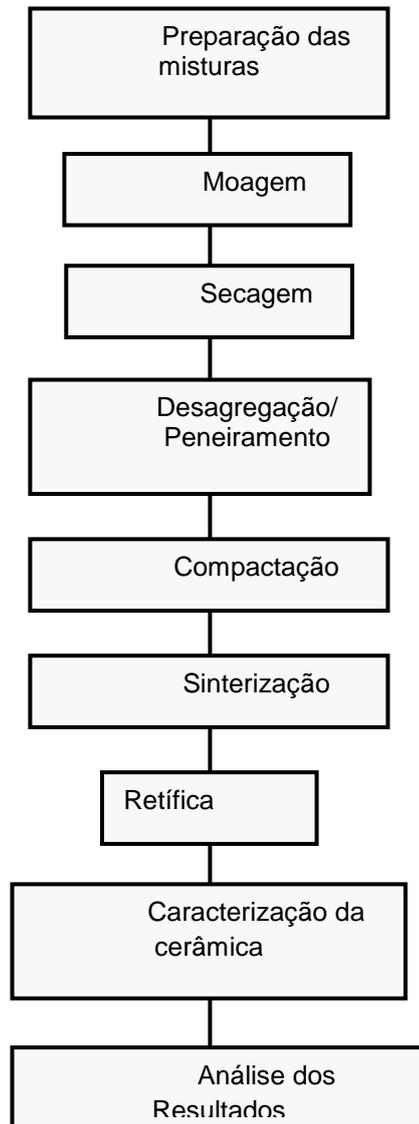
- Fósforo: não apresentam uma ação muito significativa do ponto de vista de tendência a grafitização. O fósforo é um estabilizador de carboneto de ferro. Atua na estrutura do material formando com o ferro e o carbono, carboneto de ferro e fosfeto de ferro, de aparência branca e perfurada, chamada steadita.

Outros elementos também podem ser encontrados nos ferros fundidos, tais como: Alumínio, Antimônio, Boro, Cromo, Cobre, Manganês, Molibdênio, Níquel, Telúrio, Estanho, Titânio, Vanádio e Nióbio, que tendem a decompor a cementita e estabilizar os carbonetos.

6. MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, serão apresentadas as etapas envolvidas no desenvolvimento, caracterizações da cerâmica desenvolvida. Conforme demonstra o fluxograma a seguir Figura 12.

Figura 12 Etapas na produção das ferramentas



6.1 Materiais Utilizados

6.1.1 Nitreto de Silício (Si_3N_4)

Como característica relevante, presente em qualquer outra cerâmica para aplicações estruturais, o Si_3N_4 apresenta problemas em situações que requerem alta confiabilidade, já que os resultados de resistência mecânica apresentam uma dispersão muito grande. Uma forma de reduzir as flutuações de valores em lotes de amostras de cerâmicos é um controle rigoroso das etapas de processamento dos materiais cerâmicos com vista a minimizar a quantidade de impurezas e promover um controle dos parâmetros de sinterização. Porém, sabe-se hoje que a composição dos pós de partida, composições das fases obtidas, temperatura de sinterização, tempos e métodos de sinterização e defeitos microestruturas, são os principais causadores das variações encontradas nas propriedades do produto final.

O nitreto de silício (Si_3N_4) utilizado na execução deste projeto foi fabricado pela HCST (Alemanha), e as características químicas e físicas fornecidas pelo fabricante são apresentadas na Tabela 1.

Tabela 1 – Especificações do nitreto de silício, Si_3N_4 , utilizado nesse trabalho.

	Características	Valores
Composição Química (% em peso)	N	38,8 %
	O	1,4 %
	Fe	19 ppm
	Ca	55 ppm
	Al	580 ppm
	Si livre	0,01 % máx
	Outras impurezas metálicas	0,01 % máx
Características Físicas	Superfície específica (m^2/g)	12,53
	$\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ (%)	93.5%
	Massa específica (g/cm^3)	3,19

Fonte: HSCT(Alemanha)

6.1.2 Óxido de Ytrio (Y_2O_3)

Esse material é incluído entre as terras raras por ocorrer invariavelmente associado a estas, e pela semelhança entre suas propriedades químicas. Com base em diferenças observadas em algumas dessas propriedades, principalmente na variação do raio iônico, que decresce em função do número atômico, o conjunto de suas propriedades peculiares possibilita o emprego do ítrio nas mais variadas formas de utilização, tais como: catalisadores para produção de derivados de petróleo, na síntese de amônia e outros produtos químicos, na constituição de cerâmicas transparentes resistentes a altas temperaturas, e mais recentemente, na tecnologia de cerâmicos especiais, como supercondutores e ferramentas de corte para usinagem.

O óxido de ytrio (Y_2O_3) utilizado na execução deste trabalho foi fabricado pela HCST (Alemanha), é do tipo FINE, e as características químicas e físicas fornecidas pelo fabricante são apresentadas na Tabela 2.

Tabela 2 Propriedades do óxido de ítrio utilizado neste trabalho.

Caracterização	Valores
Composição Química (ppm)	
Alumínio (Al)	<2
Oxigênio (O)	< 0,5
Silício Livre (Si)	< 15
Física	
Superfície específica (m^2/g)	12,76
Y_2O_3 contido (%)	99,98
Massa específica (g/cm^3)	5,01

Fonte: HSCT(Alemanha)

6.1.3 Óxido de Alumínio (Al_2O_3)

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é um dos materiais cerâmicos especiais antigos mais utilizados na forma sinterizada. As propriedades como: alta refratariedade e dureza, condutividade térmica superior à maioria dos óxidos cerâmicos, alta

resistência ao ataque químico, alta resistência às altas e baixas temperaturas e alta rigidez dielétrica, faz do Óxido de Alumínio (Al_2O_3) um dos mais usados para fabricação de cerâmicas estruturais.

O óxido de alumínio ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) utilizado foi do tipo “CR6”, da BAIKALOX (Alemanha), e as características fornecidas pelo fabricante, são citadas na Tabela 3.

Tabela 3 Especificação da alumina, Al_2O_3 , utilizada nesse trabalho.

Composição Química	
Pureza (% em massa)	99,99%
Na (ppm)	12
K (ppm)	41
Fe (ppm)	07
Ca (ppm)	03
Si (ppm)	47
Características Físicas	
Superfície Específica (m^2/g)	6,0
Tamanho médio de partícula (μm)	0,98
Massa específica (g/cm^3)	3,98

Fonte: HCST (Alemanha)

6.1.4 Nitreto de Alumínio (AlN)

O nitreto de alumínio (AlN) tem atraído grande interesse devido a sua capacidade de dissipação de calor, sendo empregado, por exemplo, na fabricação de substratos de circuitos impressos. De acordo com a literatura a condutividade térmica do AlN à temperatura ambiente pode atingir $320 \text{ Wm}^{-1} \text{ K}^{-1}$.

O AlN é um composto covalente sintético. A síntese do AlN foi relatada pela primeira vez em 1862, sendo que uma das suas aplicações foi como fixador de nitrogênio na fabricação de fertilizantes.

O nitreto de alumínio (AlN) utilizado na execução deste trabalho foi fabricado pela H.C.Starck, inc. (Alemanha), é do tipo Grade B, e as características químicas e físicas fornecidas pelo fabricante são apresentadas na Tabela 4.

Tabela 4 – Especificações do nitrato de alumínio, AlN, utilizado nesse trabalho.

Composição Química (% peso)	
Caracterização	Valores
N	33,6%
O	1,1
Fé	800ppm
C	30 ppm
Características Físicas	
Superfície Específica (m ² /g)	2,63
Massa específica (g/cm ³)	3,26

Fonte: HCST (Alemanha)

6.2 Fabricação e caracterização da ferramenta desenvolvida

Este capítulo foi dividido em duas etapas, ou seja, a primeira delas, envolvendo a fabricação da ferramenta, desde a seleção dos materiais, passando pela sinterização, caracterização e afiação. E a segunda etapa, são abordados itens referentes aos ensaios de usinagem, desde os equipamentos utilizados, parâmetros e materiais utilizados.

6.2.1 Composição das misturas

Primeiramente, as matérias primas utilizadas nesse trabalho foram pesadas em balança analítica *adventurer* ARA520. Logo após, a composição foi moída e homogeneizada em meio líquido, água, por 2 horas, utilizando moinho de bolas rotativo marca Tencan, modelo XQM-2A com potes e esferas de alumina. Após a homogeneização, realizou um controle de qualidade em função do peso das esferas e do copo do moinho para observar possível contaminação das misturas pelo desgaste e atrito das partes em contato com a mistura de pós. Em seguida, o material foi secado em estufa SX1.1 Sterilifer a 120oC, por 24 horas; desagregado e submetido ao peneiramento em malhas de 100 mesh (0,15mm) para desaglorameração.

Neste projeto, o objetivo foi variar consideravelmente, a quantidade de aditivos utilizada conforme mostra a tabela 5, desenvolvendo três (03) tipos de

materiais cerâmicos distintos, e verificar seu comportamento quanto à dureza, tenacidade à fratura, além de outros fatores intrínsecos em trabalho.

Tabela 5 - Composição da mistura utilizada na execução do trabalho.

Composição % em Peso					
	Amostra	Si₃N₄	AlN	Y₂O₃	Al₂O₃
	SNYAL10	86,48	-	7,72	5,80
	SNYA15	82,86	10,63	6,51	-
	SNYA20	77,35	14,04	8,60	-

Fonte: Autor

6.2.2 Prensagem uniaxial a frio

A prensagem uniaxial foi executada, numa prensa isostática tipo KIP 100 E, marca Paul Weber – FEG, primeiramente, com a pesagem de pó necessário para a fabricação de uma amostra. Após a pesagem, o material foi colocado no interior de uma matriz metálica com formato 16,36 x 16,36 x 7,50 mm, preenchendo a mesma de forma homogênea, obtendo assim uma melhor distribuição de toda matéria prima. Após o preenchimento, iniciou-se a compactação com uma carga de 50MPa, durante 30 segundos através de uma prensa hidráulica uniaxial, obtendo as dimensões descritas no formato da matriz metálica, para futura transformação em insertos.

6.2.3 Prensagem isostática a frio

Após a compactação por prensagem uniaxial, os corpos de prova foram prensados isostaticamente, com o objetivo de obter maiores resultados de densidade a verde (densidade do compactado do pó e sempre é maior que a densidade aparente), para a eliminação quase que total dos problemas relacionados ao gradiente de pressão de compactação ao longo do corpo de prova, facilitando assim seu manuseio. Inicialmente os corpos de prova foram encapsulados a vácuo,

em moldes de látex flexível, sendo imersos em óleo, na câmara de prensagem, com velocidade de compactação de 15MPa/s e pressão de 300MPa, por 2 minutos. Para realizar tal tarefa foi utilizada uma prensa isostática tipo KIP 100E, Marca Paul Weber.

7. PRODUÇÃO DAS FERRAMENTAS CERÂMICAS

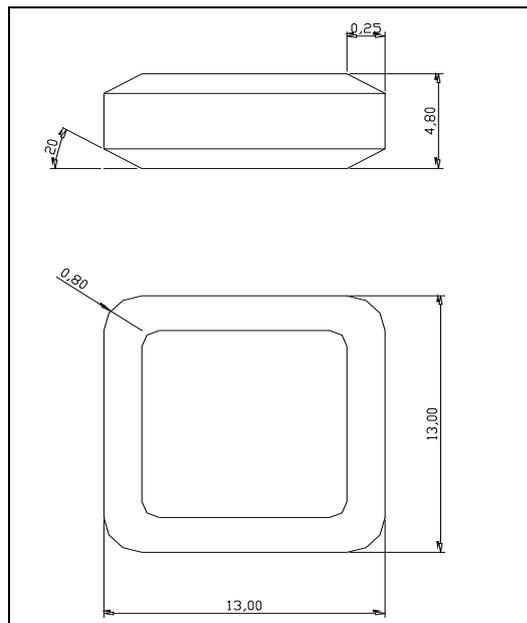
Esse trabalho foi dividido em etapas de preparação dos materiais, com posterior sinterização, caracterização. Todas elas foram realizadas no DCTA/IAE/AMR - (Departamento de Ciência e Tecnologia Aeroespacial Divisão de Materiais do Instituto de Aeronáutica e Espaço), FEG-UNESP (Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá – Universidade Estadual Paulista)

7.1 Preparação das amostras

a) Desenvolvimento das Matrizes

As matrizes foram confeccionadas em dimensões previamente definidas 17 x 17 x 7,5mm, com objetivo de obter dimensões normalizadas conforme figura 13 e assim facilitar a utilização de suportes padrão. Para atingir essas dimensões, calculou-se a densidade a verde e retração linear após sinterizado, além de considerar o desgaste e retirada de material devido ao processo de retífica das faces das amostras (SOUZA, 2011).

Figura 13 Geometria da ferramenta de corte.



Fonte: (SOUZA, 2011).

b) Prensagem uniaxial a frio

A compactação dos pós para a confecção das amostras se deu através de duas etapas: prensagem uniaxial a frio, figura 14 e prensagem isostática a frio. Os pós foram colocados dentro da matriz e acomodados.

Em seguida, submetidos a 50 MPa, durante 30 segundos. As amostras foram confeccionadas na forma de pastilhas quadradas de 16,36x16, 36x7,5 mm, para se atingir uma geometria final de 13x13x4,8 mm das ferramentas de corte.

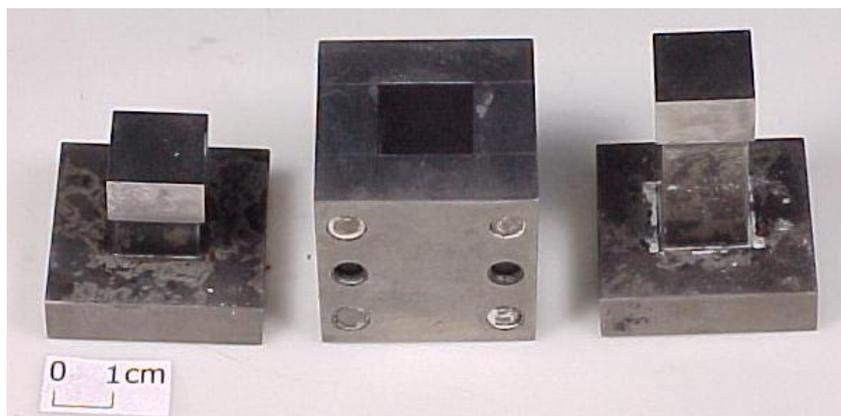
As matrizes utilizadas para a confecção dos corpos de prova são matrizes com camisa flutuante, desenvolvidas no CTA/IAE/AMR, conforme a figura 15.

Figura 14 Vista da prensa hidráulica uniaxial utilizada na compactação das pastilhas.



Fonte: Autor

Figura 15 Vista da matriz com dimensões 16,36x16,36x7,5 mm.



Fonte: (SOUZA, 2011).

c) Prensagem isostática a frio

Os corpos-de-prova foram levados a uma prensa, figura 16, para prensá-los isostaticamente a frio, com o objetivo de melhorar os valores de densidade a verde, também, a resistência ao seu manuseio. Inicialmente, os corpos-de-prova estavam encapsulados a vácuo, em moldes flexíveis de látex, sendo, em seguida, imersos em óleo, na câmara de prensagem, figura 17, com velocidade de compactação de 15 MPa/s e pressão de 300 MPa, com o objetivo de obter maiores e valores mais uniformes de densidade a verde, pela eliminação, quase que total, dos problemas relacionados ao gradiente de pressão de compactação ao longo do corpo-de-prova, permitindo, também, uma boa resistência ao seu manuseio. Essa etapa foi realizada no CTA/IAE/AMR, onde foi utilizada uma prensa isostática modelo KIP 100 E, marca Paul Weber.

Figura 16 - Vista geral da prensa isostática KIP 100 E Paul Weber.



Fonte: Autor

Figura 17 - Detalhe da câmara de prensagem isostática.



Fonte: Autor

7.2 Massa específica do material

A partir da Equação 1, obteve-se a massa específica teórica, utilizada posteriormente para cálculo da densidade relativa a verde, que por sua vez, é obtida a partir da relação entre as massas específicas a verde das amostras e as massas específicas teóricas das misturas.

$$\rho_t = \frac{W_T}{V_T} = \frac{(W_A + W_B)}{(W_A / \rho_A) + (W_B / \rho_B)} \quad (1)$$

Onde:

W_T = massa teórica da mistura [g]

V_T = volume teórico da mistura [cm³]

W_A = massa do Si₃N₄ [g]

W_B = massa do aditivo [g]

ρ_A = massa específica do Si₃N₄[g/cm³]

ρ_v = massa específica do aditivo [g/cm³]

A massa específica a verde das amostras foi determinada pelo método geométrico, a partir da pesagem das pastilhas. As amostras foram medidas com micrômetro de precisão de 0,001 mm Starrett série 795, e, posteriormente, pesadas em balança eletrônica de precisão da marca comercial Sartorius AG(10⁻⁵g) figura 18. Para obtenção de uma maior precisão, foram realizadas 15 medições de cada amostra para se obter valores médios.

A partir destes dados, utilizou-se a Equação 2 para obter o valor da massa específica a verde das amostras.

$$\rho_v = \frac{\text{massa}_{\text{amostra}}}{\text{volume}} \quad (2)$$

ρ_v = massa específica a verde [g/cm³]

M = massa [g]

V = volume [g/cm³]

Figura 18 - Balança eletrônica utilizada para determinação da massa-específica.



Fonte: Autor

7.3 Sinterização

A sinterização das amostras foi realizada em forno com resistência de grafite, sob atmosfera controlada por N₂, figura 19, através do processo sinterização normal em atmosfera de nitrogênio. Neste processo, misturam-se, pós de Si₃N₄ e de aditivos (normalmente óxidos) adequados para a promoção da fase líquida no processo de sinterização. Após prensagem a frio, o compacto a verde é sinterizado a temperaturas entre 1700 e 1800 °C, sob atmosfera de nitrogênio puro. Através desse processo é possível a obtenção de cerâmicas à base de Si₃N₄ relativamente densas, com 2,0 a 5,0% de porosidade. Os aditivos de sinterização formam nesse caso, uma fase líquida ao reagirem com a sílica (SiO₂) presente na superfície das partículas de Si₃N₄.

Como exemplos de aditivos de sinterização, têm-se os seguintes óxidos: AlN, SiO₂, Y₂O₃, CeO₂, La₂O₃, Al₂O₃, MgO, que atuam como formadores de fase líquida,

sendo a quantidade utilizada, entre 3 e 15%, em peso, na maioria dos casos. Como muitos dos óxidos usados para a promoção da sinterização formam fases intergranulares amorfas, seu uso excessivo diminui a resistência mecânica em altas temperaturas. Uma forma efetiva de reduzir essa degradação consiste em reduzir a adição dos referidos óxidos, ou o uso daqueles que formam materiais com ponto de fusão elevado. Outra alternativa para minimizar a quantidade de aditivo de sinterização consiste na utilização de pós mais finos, para melhorar a sinterabilidade (SOUZA, 2011).

Antes do processo de sinterização, as amostras foram colocadas em um cadinho de grafite, figura 20, envolvidas por misturas de Si_3N_4 e BN, visando evitar a perda dos materiais de base por dissociação.

As sinterizações dos corpos-de-prova, foram realizadas em atmosfera de nitrogênio, nas faixas de temperaturas entre 1800°C a 1950°C para Si_3N_4 , e 2000°C a 2100°C para SiC, com taxas de aquecimento de $15^\circ\text{C}/\text{min}$. Conforme ciclo de aquecimento estabelecido, em função dos testes preliminares e levantamento bibliográfico sobre o tema, (CHEN, WANG – 2000), objetivando melhorar as propriedades do produto final.

Figura 19 Forno utilizado na sinterização das amostras.



Fonte: Autor

Figura 20 Vista dos cadinhos de grafite.



Fonte: Autor

8. CARACTERIZAÇÕES

8.1 Propriedades Físicas

8.1.1 Densidade de massa aparente

Pesaram-se as amostras sinterizadas, em balança de precisão adventurer ARA520, visando verificar a perda de massa dos corpos cerâmicos durante a sinterização, comparando as massas sinterizadas com a massa do corpo à verde. Após a pesagem, foi avaliada a massa específica das amostras, utilizando método de imersão proposto por Arquimedes que diz que quando um corpo está imerso completamente ou parte dele num líquido em repouso, ele sofre um empuxo para cima, igual ao peso do líquido deslocado.

O empuxo, força exercida de baixo para cima (encontrada só em meio líquido) é uma força contrária a força de gravidade. Devido à essa força é que os corpos imersos apresentam peso aparente inferior ao apresentado no solo (SACHELLI; ACCACIO; RADÍ, 2007). Os resultados da massa específica foram correlacionados com a massa específica teórica do material, avaliado através da regra das misturas, sendo obtida então, a densidade relativa das amostras.

As fases cristalinas presentes nas misturas de pós e nas amostras sinterizadas são resultados de avaliação por difratometria de raios X, utilizando-se fichas de identificação compiladas pela *International Centre for Diffraction Data*.

A massa específica e densidade relativa, à verde dos corpos prensados foram determinadas. A massa específica teórica (ρ_t) de cada composição estudada foi calculada aplicando a Equação 1, a partir das massas específicas teóricas dos pós de partida. Estes valores são expressos na Tabela 6 (SOUZA, 2011).

A densidade relativa foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada (Sint) e a massa específica teórica de cada composição estudada (T), todas em (g/cm^3), como mostrado na Equação abaixo.

$$\rho_{Rel} = \left(\frac{\rho_{sint}}{\rho_T} \right) \times 100 [\%] \quad (3)$$

Tabela 6 Massas específicas utilizadas para os cálculos.

Material		α - Si_3N_4	β - Si_3N_4	IN	I_2O_3	A 3	Y_2O 3
Massa	específica	3,19				3	5,0
(g/cm ³)			3,21	,26	,98		1

Fonte: Autor

8.2 Propriedades Morfológicas

8.2.1 Análise por difração de raios-x

A técnica de difração de raios X (DRX) é um método preciso e eficiente, largamente empregado em pesquisa científica e tecnológica, particularmente para ensaios não-destrutivos em aplicações industriais. Na atualidade, é a única técnica para a determinação precisa de fases e estruturas cristalinas, mesmo para o caso de estruturas inorgânicas complexas (REED, 1995). A técnica de DRX para amostras em forma de pó ou policristais, que também é conhecida como difratometria θ - 2θ , e é regida pela lei de Bragg.

A caracterização da microestrutura das amostras sinterizadas foi realizada via difração de Raios-X, com o objetivo de identificar as fases presentes no material produzido. A aplicação de HPHT– (Altas Pressões e Altas Temperaturas (HPHT)) cria condições para o surgimento da fase β , sendo um meio efetivo de controle do grau de afinidade entre as fases. Estas alterações na estrutura podem ser identificadas através do Padrão de difração das amostras. Nos Difractogramas, existem inúmeros picos com intensidades tão baixas que impossibilitam a identificação e outras nem são detectadas - ruído. Pode também haver ocorrência de sobreposição de picos. As larguras dos picos podem ser influenciadas por fatores como estequiometria, tamanho e morfologia dos grãos.

Segundo Casanova (1999), o alargamento dos picos de difração indica a redução no tamanho dos grãos com o tempo de sinterização.

Por intermédio de um difratômetro, empregando-se uma radiação Cu-K α com tubo emissor de filamento de cobre ($\lambda=1,54439 \text{ \AA}$), em conjunto com fichas de identificação compiladas pela JCPDS - *International Centre for Diffraction Data* - foi possível detectar e analisar as fases presentes no corpo-de-prova obtido.

Após a determinação das fases presentes, foram realizadas análises aproximadas do percentual de transformação $\alpha \rightarrow \beta$ -Si₃N₄ através da comparação das intensidades relativas dos picos, considerando as reflexões mais intensas das respectivas fases, utilizando-se a relação $I_{\beta}/[I_{\alpha}+I_{\beta}]$.

8.2.2 Microestrutura

A aplicabilidade desse trabalho está diretamente ligada à relação entre a microestrutura e as propriedades das cerâmicas à base de nitreto de silício. É de grande interesse, especialmente se comparado com outros materiais cerâmicos usados na engenharia, devido sua morfologia e características de contorno de grão, que afetam suas propriedades mecânicas à temperatura ambiente e a altas temperaturas.

A análise da microestrutura foi realizada por MEV (figura 21). Utilizando microscópio da marca LEO, modelo 450VP, com o objetivo de observar a microestrutura das amostras sinterizadas.

Para as análises por MEV, as seções longitudinais e transversais dos corpos-de-prova sinterizados foram submetidas ao preparo ceramográfico da superfície para que fosse possível avaliar as características de vazios entre os arranjos de grãos e conseqüentemente a densificação da cerâmica. Após a sinterização, as amostras foram retificadas, lixadas e polidas com pasta de diamante de até 1 μ m. Para revelação da microestrutura, as amostras sofreram ataque químico por sais fundidos (KOH:NaOH) por tempo de 10 minutos. Essa mistura fundida atua

diretamente nos contornos de grãos removendo a fase intergranular e fornecendo o contraste necessário para sua observação. Antes ainda de sua observação no microscópio eletrônico, as amostras foram metalizadas, aplicando-se um fino filme de ouro para tornar a sua superfície condutora.

Figura 21 Microscópio Eletrônico de Varredura



Fonte: Autor

8.3 Propriedades Mecânicas

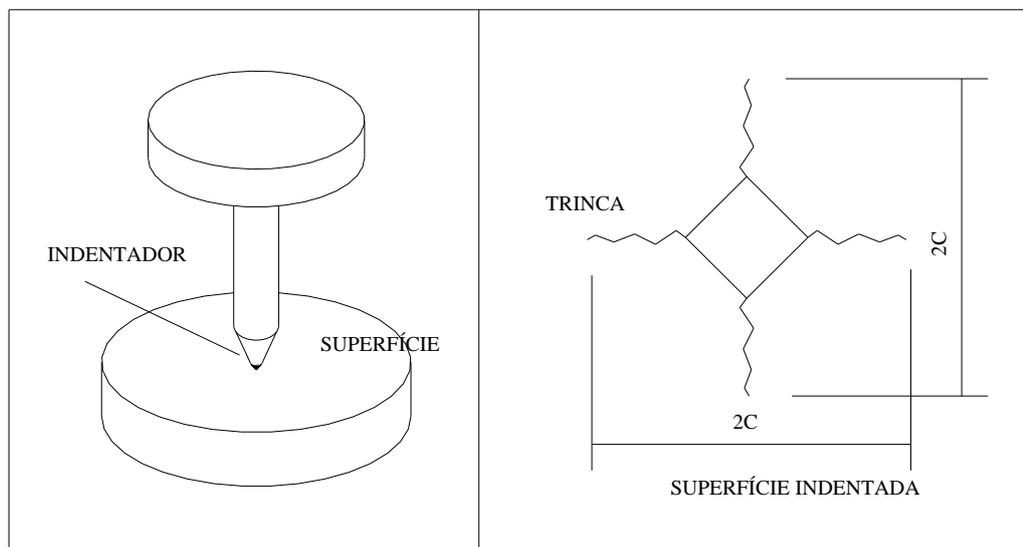
O estudo das propriedades mecânicas de ferramentas de corte de materiais cerâmicos é o fator determinante para sua aplicabilidade ou não nos testes de usinagem. Para o estudo das propriedades mecânicas à temperatura ambiente, as amostras sinterizadas foram submetidas a testes de dureza por microindentação Vickers. A partir desses resultados, determinou-se a tenacidade à fratura (K_{IC}) dos materiais.

8.3.1 Dureza vickers [HV]

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza das amostras seguiu a norma ASTM C 1327-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas.

Nas amostras devidamente polidas, foram executadas as medidas de microdureza, sendo determinada a dureza por microindentação Vickers com penetrador de diamante de 136° , aplicando carga de 2000gf. Realizou-se 20 impressões, em cada uma das amostras analisadas. Utilizando-se, para estas medidas, um microdurômetro digital, modelo MICROMET 2004 marca Buehler o qual forneceu as medidas de dureza para cada indentação. Para melhor interpretação, é apresentada abaixo a forma esquemática de uma indentação Vickers, conforme figura 22.

Figura 22 Desenho esquemático da indentação Vickers.



Fonte: (Souza,2011)

8.3.2 Tenacidade à fratura (k_{ic})

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de tenacidade à fratura das amostras seguirá a norma ASTM C 1421-99, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da tenacidade à fratura de cerâmicas avançadas em temperatura ambiente.

Cada impressão Vickers apresenta dois pares de trincas radiais, conforme figura 22, o que geram um total de 40 pares de trincas. Nos cálculos, serão utilizadas para cada amostra pelo menos 50% dos pares de trincas perfeitas, ou seja, aquelas que não apresentarem interações com imperfeições de polimento e

desvios da trajetória da trinca nucleada a partir dos vértices das indentações.

A medida do comprimento das trincas será realizada logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão iniciada pelo campo de tensão que atua após o carregamento.

Os valores de tenacidade à fratura serão calculados com base na equação 4 proposta por (ANSTIS,1981):

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^{3/2}} \quad (4)$$

Onde:

K_{IC} = tenacidade à fratura do material [Mpa.m^{1/2}];

P = carga aplicada [N];

E = módulo de elasticidade do material, calculado pela regra das misturas [GPa];

H = dureza do material [GPa];

a = semi-diagonal da impressão Vickers[m];

l = comprimento da trinca [m];

c = l + a [m];

9. RESULTADOS E DISCUSSÕES

9.1 Propriedades físicas

Os resultados obtidos são discutidos em função das propriedades físicas e mecânicas, os quais mostraram diferentes valores em função dos diferentes tipos de aditivos utilizados. A caracterização das matérias primas (Si_3N_4 , AlN , Y_2O_3 , Al_2O_3) é um fundamento muito importante no desenvolvimento de cerâmicas estruturais, pois a composição química, fases e tamanhos de grãos têm importância definida nas propriedades mecânicas e físicas desses materiais, podendo esse ser um fator de aprovação ou desaprovação através de suas caracterizações.

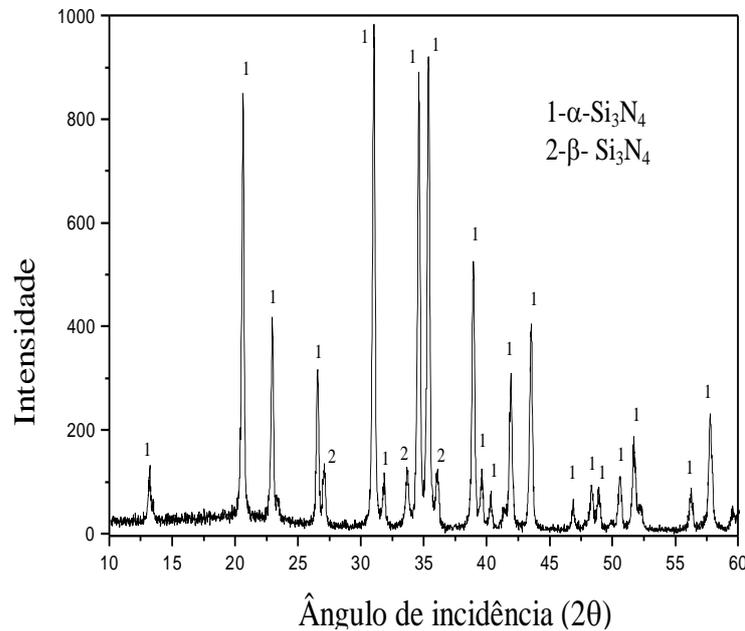
Entretanto os resultados apresentam importantes avanços no desenvolvimento de novos materiais cerâmicos.

9.1.1 Análise por difração de raios-X

A análise por difração de raios-X se faz importante nesse trabalho com o objetivo de garantir a procedência e a pureza destes pós. Foram realizadas análises de difração de raios X nos pós de partida (Si_3N_4 , AlN , Y_2O_3 , Al_2O_3), onde foi identificados as fases presentes em cada amostra coletada.

Analisando a figura 23, pode-se observar que o nitreto de silício (Si_3N_4) é constituído, predominantemente, de fase $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$, apresentando, também, pequena quantidade de fase $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$.

Figura 23: Difratoograma de raios X do pó de partida



Fonte: Autor

O nitreto de silício possui duas diferentes fases cristalinas estáveis, ambas com similares estruturas cristalinas hexagonais: o α - Si_3N_4 com simetria monoclínica e o β - Si_3N_4 com simetria hexagonal. Por ser uma cerâmica covalente, o Si_3N_4 apresenta baixo coeficiente de difusão, e com isso apresenta dificuldade de densificar via estado sólido. Normalmente são introduzidos aditivos de sinterização (óxidos como Al_2O_3 , Y_2O_3 , MgO etc.) que reagem com a camada de sílica na superfície do nitreto, formando uma fase líquida.

Esta fase líquida dissolve continuamente as partículas de α - Si_3N_4 , e com a supersaturação da mesma, ocorre a precipitação de grãos β - Si_3N_4 . Com o resfriamento, surge uma microestrutura composta basicamente de grãos de Si_3N_4 (β - Si_3N_4 podendo ocorrer α - Si_3N_4 residual) e uma fase intergranular amorfa (podendo ocorrer à cristalização parcial desta). Os grãos de β - Si_3N_4 crescem anisotropicamente na presença de fase líquida, na forma de prismas hexagonais, formando grãos alongados, de alta razão de aspecto, ocorrendo então o fenômeno do reforço in-situ da microestrutura do nitreto de silício.

Levando-se em conta que o nitreto de silício (Si_3N_4) é um dos materiais estruturais mais promissores para as aplicações de altas temperaturas, e apresenta uma primorosa combinação de propriedades de materiais, este trabalho visa a obtenção de corpos densos de Si_3N_4 , via emprego de altas pressões e altas temperaturas (HPHT) utilizando pressões de 5-6-7 GPa, empregando um tempo de 3 minutos

Observam-se nas Figuras 24, 25 e 26 picos relativos das fases $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4$ e $\beta\text{-Si}_3\text{N}_4$. Nem todo α foi transformado em β , face ao curto tempo de sinterização de três minutos.

Figura 24 – Difratoograma amostra 5 GPa.

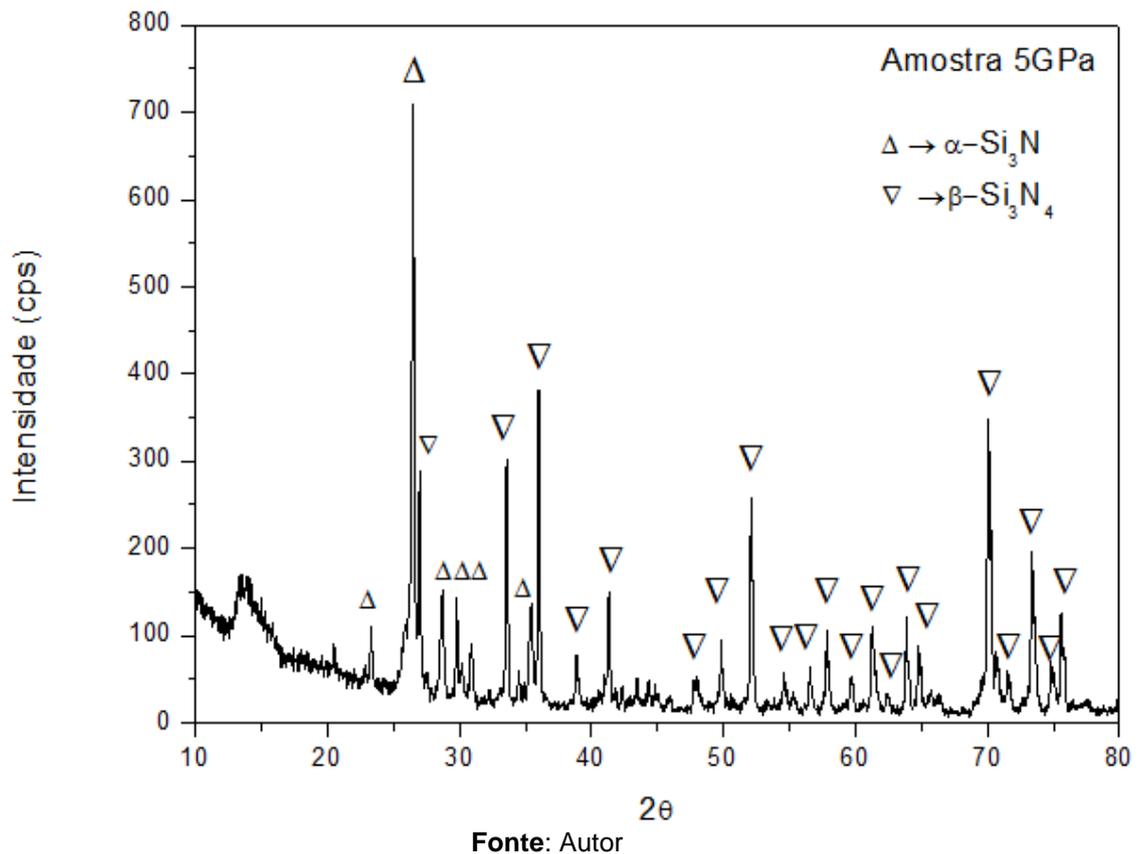


Figura 25 – Difratoograma amostra 6 GPa.

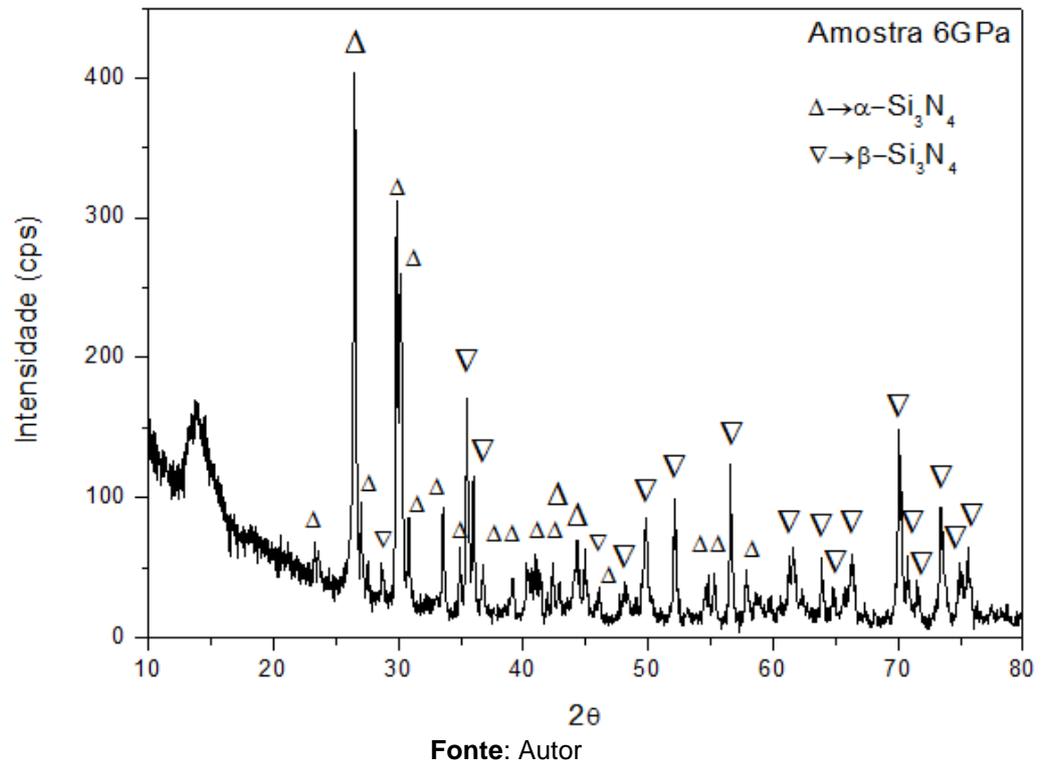
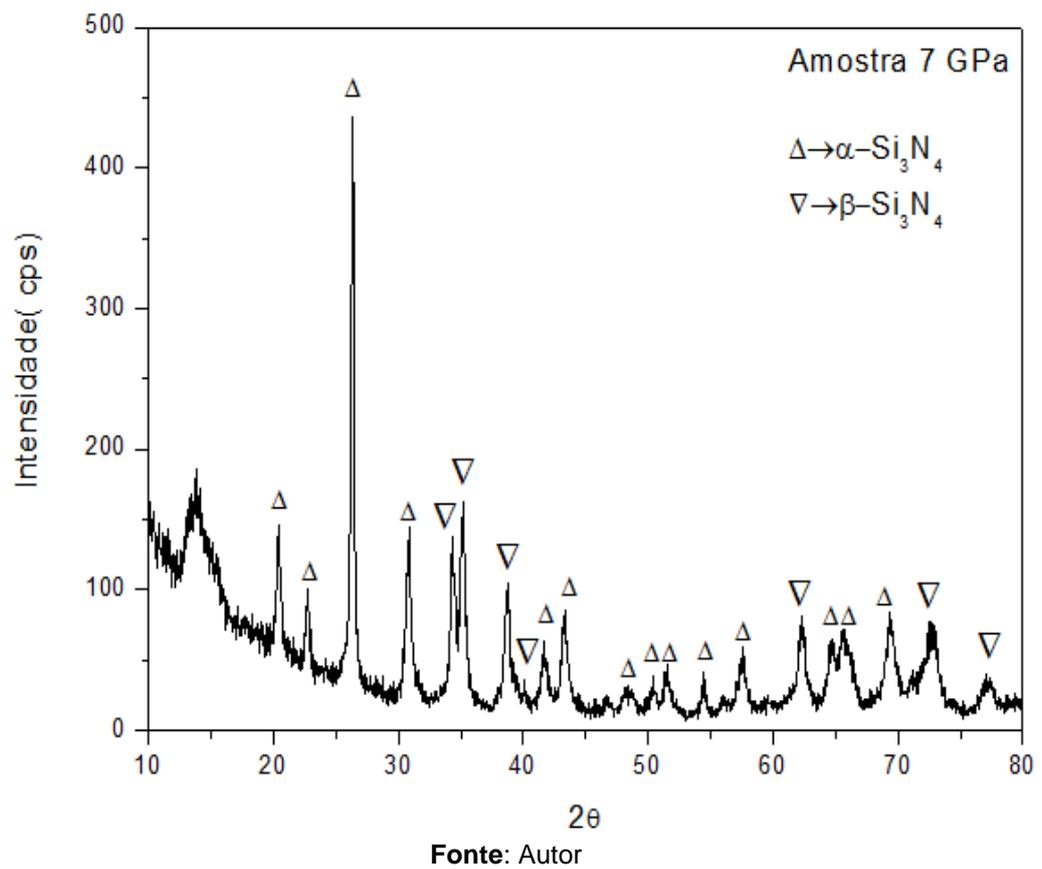


Figura 26 – Difratoograma amostra 7 GPa.



O objetivo principal é obter composições com alto índice de transformação de $\alpha\text{-Si}_3\text{N}_4 \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$, cujos grãos alongados com alta razão de aspecto (comprimento/largura) formam uma estrutura reforçada pelo entrelaçamento destes grãos. Nota-se a presença de fase β em todas as amostras, e apenas na amostra de 7 GPa – figura 26, que esses picos de β tem menor intensidade, indicando que pressões muito elevadas podem suprimir a transformação $\alpha \rightarrow \beta$.

A transformação de fase $\alpha \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ foi verificada através dos picos identificados, e estão de acordo com a literatura, onde Guedes-Silva et. al. (2012) explica que a transformação de fase $\alpha \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ ocorre a aproximadamente 1700°C.

Muito importante observar que ocorre maior transformação $\alpha \rightarrow \beta$ para a pressão HPHT de 5GPa, e esta é reduzida para maiores pressões. Considerando os dois picos mais intensos, relativos à α e β , em cada espectros dos difractogramas, mediante uma simples análise das relações entre as intensidades (cps) destes picos de cada fase (α/β), para cada pressão de sinterização aplicada, obtém-se: 5GPa (710/390)=1,82; 6GPa (410/175)=2,34; e 7GPa (445/165)=2,70. Estas relações são indicativas da maior transformação $\alpha \rightarrow \beta$ para amostras sinterizadas via HPHT a 5GPa.

Interessante observar que esse fato afetou marcadamente a tenacidade à fratura, pois os grãos β geram o mecanismo de tenacificação em cerâmicas avançadas à base de nitreto de silício. No caso visto nas figuras 24, 25 e 26, com a mais baixa pressão, 5GPa, propiciou maiores transformações de $\alpha \rightarrow \beta\text{-Si}_3\text{N}_4$ acarretando assim, resultados de melhores K_{Ic}.

9.1.1 Densidades Relativas, Perda de Massa e Retração Linear

A densidade relativa, a perda de massa e a retração linear das amostras sinterizadas foram mostradas e discutidas tomando como base os diferentes aditivos utilizados, conforme Tabela 8. A perda de massa é um fenômeno que ocorre durante a sinterização, e esta diretamente relacionada com a volatilização dos óxidos durante a sinterização.

A diferença de perda de massa entre as composições analisadas está relacionada com a formação de SiO e AlO voláteis cuja formação é favorecida pela presença de O₂, mesmo com o uso de atmosfera N₂ com pressão de 0,1 MPa. De acordo com recentes estudos, a retração linear, densificação e a perda de massa iniciam-se em torno da temperatura de 1250°C, e vai aumentando sua proporção em função do tempo e da temperatura de sinterização, fazendo uma sequência de três estágios. Na temperatura de 1250°C começa a ocorrer o rearranjo das partículas, posteriormente em 1750°C acontece o segundo estágio, onde a partir desse e somado ao patamar, a retração linear, perda de massa e densidade relativa ocorre de maneira mais atuante.

Em função das temperaturas serem pontual para cada composição, a amostra C, que possui a presença de Y₂O₃, a densificação a 1850°C foi a mais baixa, devido à menor concentração de líquido existente, o que reduziu a total transformação do α-Si₃N₄.

Os resultados mostrados na Tabela 8 ocorreram em função do tipo de aditivos utilizados para sinterização. Possivelmente esses aditivos formam menor quantidade de fase líquida nas temperaturas de 1750 a 1850°C, e conforme o tempo de patamar (1h) pode não ocorrer uma densificação total. Assim pode-se concluir que os líquidos formados apresentam baixa viscosidade promovendo rápida densificação.

Nessas condições vários elementos vão sendo volatilizados principalmente, em função de alguns elementos como Y₂O₃ que está presente nas amostras (A, B, C). Na temperatura de 1850°C a composição que apresentou maior quantidade de Y₂O₃ apresentou maior presença da fase α-SiAlON e melhor densificação.

Isso também explica a baixa densidade das cerâmicas em função da baixa viscosidade e das características voláteis dos aditivos quando utilizados na sinterização por fase líquida. Nessas condições, os rearranjos, solução e precipitação foram prejudicados e dessa maneira apareceram os poros nos materiais, prejudicando as propriedades mecânicas dos mesmos.

Tabela 7 Mostra os valores de densidade relativa, perda de massa e retração linear das cerâmicas.

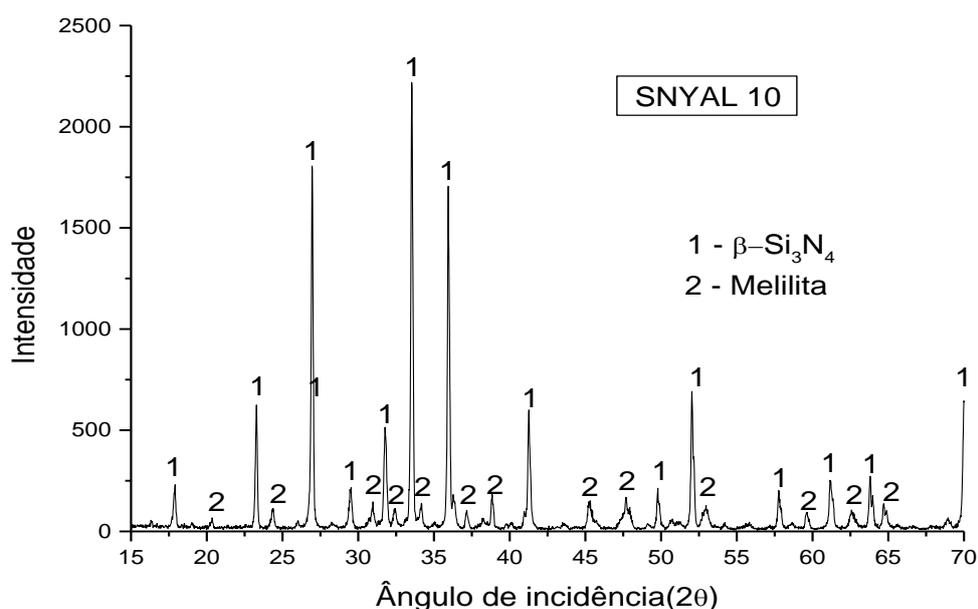
Composição(%p)	Densidade relativa (%)	Retração linear (%)	Perda de massa (%)
A - SNYAL10	98,40 ± 0,18	16,34 ± 0,34	2,80 ± 0,22
B - SNYA15	97,94 ± 0,25	15,96 ± 0,23	3,75 ± 0,35
C - SNYA20	97,21 ± 0,43	15,38 ± 0,18	4,48 ± 0,41

Fonte: Autor

9.1.2 Análises das Fases Presentes nas Cerâmicas Sinterizadas

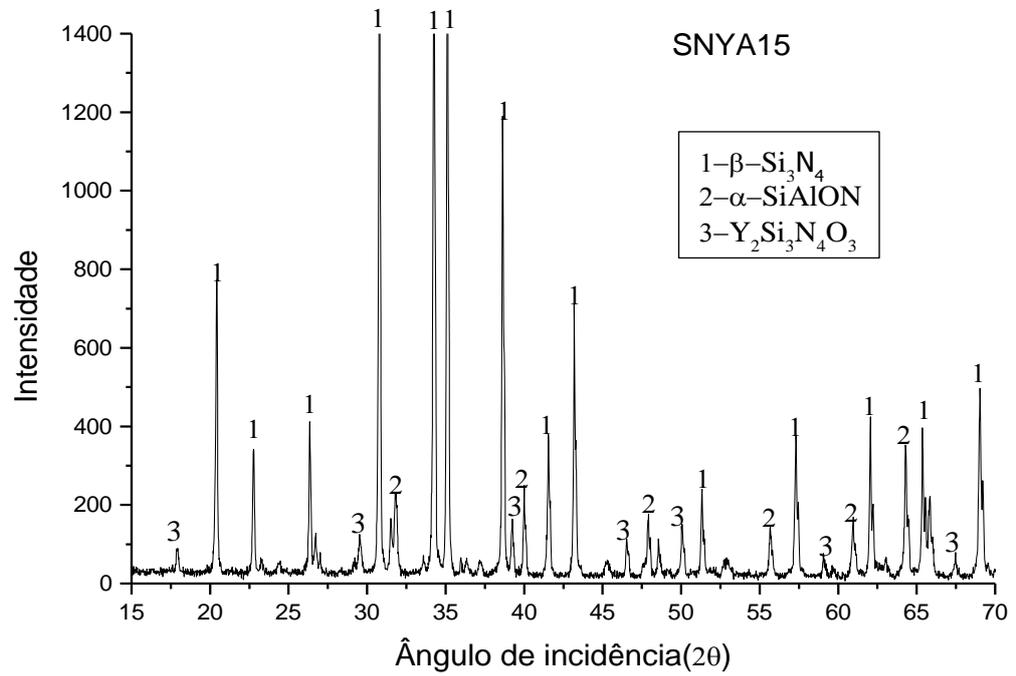
As análises por difração de raios-X é uma das caracterizações mais importantes no desenvolvimento de materiais cerâmicos para aplicações estruturais, devido a identificação de fases cristalinas presentes, os resultados de difração de raios-X, mostraram as fases obtidas em função dos tipos de aditivos utilizados. As fases presentes em todas as composições sinterizadas, estão representadas pelos respectivos difratogramas, conforme Figuras 26a, 26b, 26c.

Figura 26a: Fases cristalinas presentes na composição SNYAL 10



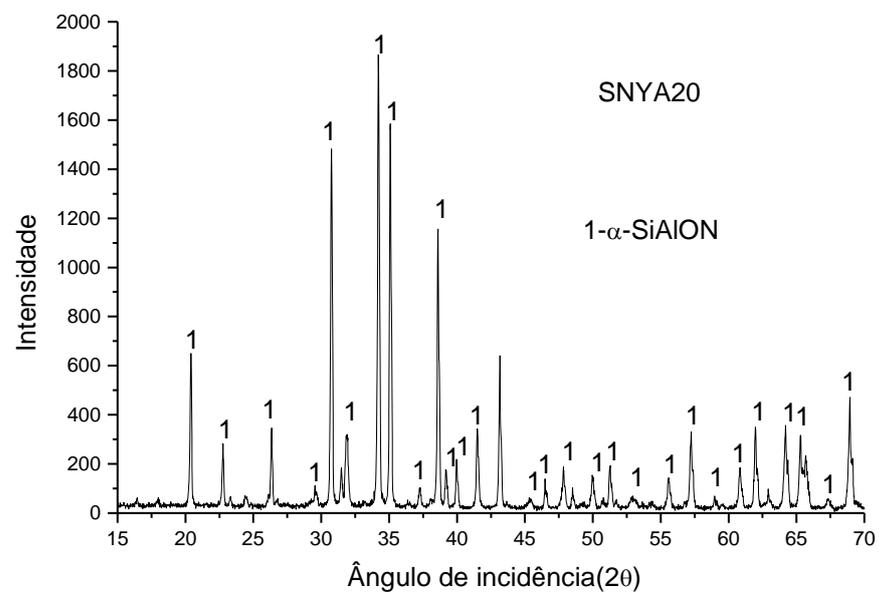
Fonte: Autor

Figura 26b: Fases cristalinas presentes na composição SNYA 15



Fonte: Autor

Figura 26c: Fases cristalinas presentes na composição SNYA 20



Fonte: Autor

De um modo geral os resultados obtidos mostram que houve transformações parciais das fases identificadas como β - Si_3N_4 , α -Sialon e $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$, não sendo detectada a presença da fase cristalina α - Si_3N_4 nas composições, podendo esse fato estar relacionada ao nível de resolução do equipamento utilizado ou aos parâmetros utilizados, onde o patamar (60 min.) de sinterização foi suficiente para que o mecanismo operante de solução-reprecipitação permitisse a completa transformação α - Si_3N_4 .

Na composição SNYA15 detectou-se a formação da fase $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$, sendo esta fase provavelmente originada de uma parcela do óxido Y_2O_3 que reagiu com uma pequena parte do Si_3N_4 e com parte da SiO_2 presente na superfície do pó de Si_3N_4 dando origem a fase intergranular cristalina minoritária denominada melilita, cuja fórmula química é $\text{Y}_2\text{Si}_3\text{O}_3\text{N}_4$. Esse comportamento demonstra a importância da taxa de resfriamento na cristalização parcial da fase melilita conforme BALBACIM, (2002) que demonstrou no processo de sinterização normal com taxa de resfriamento rápida.

Observou-se que com a utilização da alumina como aditivo adicionada ao óxido de ítrio ($\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$) mais o processo de sinterização normal a pressão N_2 favoreceu a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ - Si_3N_4 , conforme composição SNYAL10, devido a presença de maior quantidade de óxido para formação da fase líquida, possibilitando assim uma maior solubilidade de grãos α - Si_3N_4 e, subsequente, reprecipitação em grãos β - Si_3N_4 , mesmo conteúdo somente 10% em aditivos. Conforme observado na figura 26a.

O aumento da quantidade de aditivos $\text{AlN}/\text{Y}_2\text{O}_3$ e a substituição da alumina (Al_2O_3), por óxido de ítrio inibiu a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ - Si_3N_4 , para ambas composições utilizando o processo de sinterização normal. Os aditivos utilizados mostraram que esta inibição foi maior a medida que aumentou a quantidade de aditivos ($\text{AlN}/\text{Y}_2\text{O}_3$), conforme composição SNYA20.

Esse fato deve estar ligado ao grau de molhabilidade dos grãos α - Si_3N_4 e o ciclo de sinterização, restringindo e provocando uma diminuição de solubilidade da

fase sólida no líquido, retardando a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ -Si₃N₄ e formando α -SiAlON com grãos alongados, material esse que tem por característica melhor formação em quantidades maiores de líquidos (SANTOS, 2004).

9.1.3 Análises das Microestruturas das Cerâmicas

As microestruturas das cerâmicas sinterizadas são mostradas nas figuras 27 (a), (b), (c), (d), (e) e (f).

As fotomicrografias obtidas por MEV retratam os efeitos dos aditivos 10% de Y₂O₃/Al₂O₃, 15% e 20% de AlN/Y₂O₃ nos processos de sinterização normal, mostrando forma, tamanho e distribuição dos grãos α -SiAlON e β -Si₃N₄. Para uma comparação entre as composições, procurou-se utilizar os mesmos critérios de avaliação e análise, no que diz respeito à ampliação.

Figura 27a - Fotomicrografia da amostra SNYAL10 - 5000X-(A)



Fonte: Autor

Figura 27b - Fotomicrografia da amostra SNYAL10 - 8000X-(A)



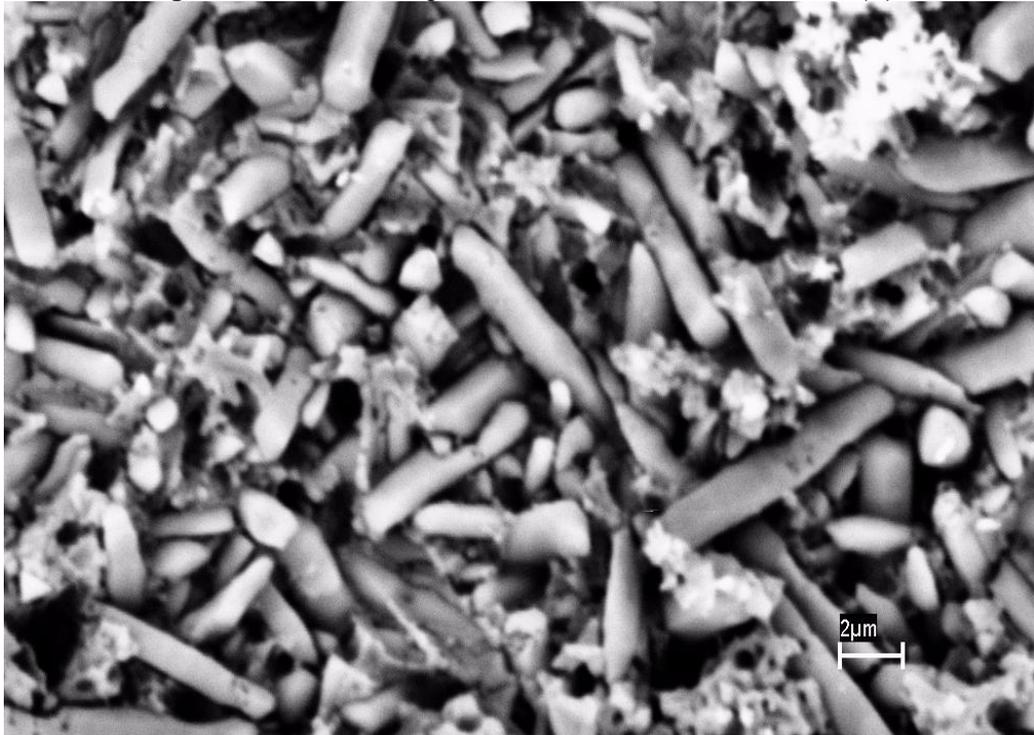
Fonte: Autor

Figura 27c - Fotomicrografia da amostra SNYA15 - 5000X(B)



Fonte: Autor

Figura 27d - Fotomicrografia da amostra SNYA15 - 8000X-(B)



Fonte: Autor

Figura 27e - Fotomicrografia da amostra SNYA20 - 5000X-(C)



Fonte: Autor

Figura 27f - Fotomicrografia da amostra SNYA20 - 8000X-(C)



Fonte: Autor

Analisando as micrografias foi observado que as quantidades e tipos de aditivos trouxeram diferenças importantes nas variações e quantidades de fases α -Sialon e β - Si_3N_4 e no tamanho dos grãos.

Foi observado na amostra SNYAL10 (Figura 27 (a) e (b)) que há predominância de fase β - Si_3N_4 , com a presença de grãos prismáticos mais alongados e com elevada razão de aspecto. Esse fato é explicativo por se tratar de uma microestrutura de fase predominante β - Si_3N_4 em detrimento os grãos de SiAlON que possuem baixa razão de aspecto, quando comparados com os grãos de β . Assim, as análises morfológicas dos grãos são avaliados de forma a verificar o aspecto geral da microestrutura, demonstrando que essas morfologias favorecem o aumento da tenacidade à fratura devido às grandes quantidades de grãos β alongados, que propiciam a atuação de mecanismos de tenacificação como ponte e deflexão de trincas.

Entretanto, quando se fala em α -SiAlON as literaturas retratam que esse é estabilizado pela utilização de aditivos de sinterização à base de Ca, Y, Mg, Li, e outros e que na maioria das vezes os grãos desta fase são predominantemente de

formato equiaxial e com distribuição de tamanhos de grão heterogênea, devido a dificuldade de controle microestrutural durante o processo de solução-precipitação desta fase, o qual ocorre de forma muito rápida.

De qualquer forma, a maioria dos relatos indica que o α -SiAlON obtido à base de Y, apresenta microestrutura de grãos equiaxiais, com baixa densidade relativa e tenacidade à fratura muito inferior ao Si_3N_4 convencional (β - Si_3N_4), devido, principalmente, à baixa razão de aspecto destes grãos. As microestruturas apresentadas pelos materiais SNYA15 (Figura 27 (c) e (d)) e SNYA20 (Figura 27 (e) e (f)) apresentaram características promissoras para aumento da tenacidade à fratura, pois o material apesar de apresentar uma ligeira heterogeneidade no tamanho dos grãos, apresentou razão de aspecto superior aos materiais convencionalmente encontrados na literatura, da ordem de 3.

Este resultado pode ser justificado pelas características das partículas utilizadas nas misturas de pó (tamanho médio das partículas) e pelo óxido de itrio utilizado como aditivo de sinterização (Y_2O_3), pois a solubilidade da Y no Si_3N_4 está diretamente relacionado ao raio atômico deste elemento. Como há uma redução do raio atômico médio dessa solução sólida (Y_2O_3), há maior facilidade dos seus átomos se posicionarem nos interstícios do Si_3N_4 , favorecendo o processo de precipitação.

De uma maneira geral, as composições aditivadas com 15 e 20%ALN/ Y_2O_3 apresentaram grãos α -Sialon em maior quantidade do que as aditivadas com ALN/ Al_2O_3 . Este fato pode estar relacionado ao tipo de aditivo, uma vez que Al_2O_3 possui uma maior quantidade de óxidos, que interferem no processo de transformação α -Sialon e favorece o crescimento de β - Si_3N_4 , durante o processo de sinterização.

9.2 Propriedades Mecânicas

9.2.1 Dureza e tenacidade à fratura das cerâmicas

A Tabela 9 apresenta os valores médios e respectivos desvios-padrão de microdureza Vickers e tenacidade a fratura obtidos para os materiais a base de nitrato de silício (Si_3N_4) contendo 10% de $\text{AlN}/\text{Al}_2\text{O}_3$, 15 e 20% $\text{AlN}/\text{Y}_2\text{O}_3$. As características microestruturais como porosidade, tamanho de grão, quantidade de fase intergranular e o grau de transformações α -Sialon, β - Si_3N_4 entre outros influenciaram nos valores de microdureza do produto final.

Tabela 8 Dureza e tenacidade à fratura

Propriedades mecânicas		
Composição	Dureza (GPa)	Tenacidade a fratura ($\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)
A - SNYAL10	19,07 ± 0,15	5,60 ± 0,21
B - SNYA15	18,58 ± 0,14	5,89 ± 0,23
C - SNYA20	17,20 ± 0,25	6,80 ± 0,34

Fonte: Autor

Analisando os resultados obtidos, observou-se que os valores de dureza Vickers persistem aproximadamente constantes, indicando uma boa homogeneidade do material, conforme trabalho realizado por (BALDACIM,2003).

O nível de densificação, avaliado perda de massa, foi um fator significativo para justificar os valores de dureza Vickers obtidos. Observou-se que estes valores são proporcionais ao nível de densificação, estando diretamente ligados a quantidade de aditivos.

Conforme literaturas pôde-se fazer uma analogia entre a quantidade de aditivos e a quantidade de fase α -SiAlON presente em cada mistura, nos resultados de microdureza, haja visto que uma maior quantidade de aditivos leva a formação majoritária da fase α -SiAlON, notadamente mais dura que a fase intergranular e a fase β - Si_3N_4 . Verificou-se um aumento gradativo da dureza com o aumento da

quantidade de aditivos utilizada, porém, pode-se afirmar que esta dureza aumenta até que se atinja 100% de α -SiAlON. Qualquer quantidade superior à quantidade necessária para obtenção de 100% desta fase levará a uma redução da dureza deste material, devido à presença de fase intergranular em excesso.

Analisando as composição com 15% e 20% em peso de AlN/Y₂O₃ apresentou o melhor resultado de dureza, quando comparada à composição com 10% de AlN/Al₂O₃. Isso se deve a maior quantidade de fase α -SiAlON, que possui uma dureza superior à fase β -Si₃N₄, estando relacionada diretamente com a densificação, microestrutura (SOUZA, 2003).

9.2.2 Tenacidade à fratura (K_{Ic})

Os resultados obtidos de tenacidade à fratura e respectivos desvios-padrão das amostras contendo 10% de AlN/Al₂O₃, 15 e 20%AlN/Y₂O₃, estão representados na tabela 9.

Observou-se que a amostra contendo 10% de AlN/Al₂O₃ apresentou menor valor de tenacidade à fratura. Isso se deve a menor quantidade de fase β -Si₃N₄ em forma de grãos alongados e também da maior dureza, devido às fases intergranulares presente.

As composições utilizando 15 e 20% AlN/Y₂O₃ em peso apresentaram maior valor de tenacidade à fratura, sendo esse comportamento estando ligado as condições de tempo, temperatura, quantidades de aditivos e tipos de aditivos. O aumento da tenacidade à fratura, caracterizado nesse trabalho pode estar relacionado com a quantidade e tipo de aditivo, onde as composições contendo 15 e 20% AlN/Y₂O₃ proporcionaram uma melhor densificação das fases intergranulares dando origem a fase melilita e apresentando microestrutura com predominância α -SiAlON em detrimento a fase β -Si₃N₄ que possui grãos com melhor razão de aspecto, ativando os diversos mecanismos de tenacificação, que consumirá mais energia da trinca.

10. CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e nos conhecimentos adquiridos no transcorrer desta pesquisa, destacam-se as seguintes conclusões:

Os resultados obtidos mostraram a diversificação de propriedades obtidas em função dos diferentes aditivos utilizados e que de posse das propriedades mecânicas obtidas, existe a possibilidade de se desenvolver materiais cerâmicos que aliam dureza e tenacidade conforme demonstra a tabela 9.

Três tipos de cerâmicas distintas foram desenvolvidas, utilizando prensagem uniaxial à frio. Os materiais aditivados com AlN, apresentaram melhores resultados de tenacidade a fratura com valores de microdureza dentro do objetivado para esse trabalho, Como consequência, esses materiais foram mais resistentes independentemente do plano analisado.

Dotado de conhecimentos específicos para as aplicações das cerâmicas desenvolvidas nesse trabalho, é possível utilizá-las em diversos meios, pois as ferramentas de nitreto de silício produzidas apresentam potencial para serem utilizadas para aplicações estruturais, já que foram alcançados excelentes valores de dureza, o maior deles, 19,07 GPa, resultado esse acima do objetivado nesse trabalho que era de 16 a 18 GPa.

Os resultados de tenacidade a fratura estão entre 5,6 a 6,8 MPa.m^{1/2}, resultado bom, considerando que a maior tenacidade à fratura representa maior vida útil da cerâmica e ficou dentro do almejado em nossos objetivos que era de 4,5 a 6 MPa.m^{1/2}.

Embora sejam necessários outros estudos mais aprofundados, estes resultados aparentemente norteiam a elaboração de uma tecnologia experimental para a produção de cerâmicas à base de Si₃N₄ para aplicações estruturais.

Os resultados de propriedades físicas obtidos nesse trabalho são valores que credencia a aplicação desses materiais em campos diversos, principalmente em aplicações estruturais.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ACCHAR, Wilson. **Materiais Cerâmicos: Ciência e Tecnologia**. Universidade Federal do Rio Grande do Norte: (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal do Rio Grande do Norte Editora Universitária, 2000, 125 p.

AGUZZOLI, Cesar. **Avaliação das propriedades físico-químicas, mecânicas e tribológicas de filmes finos de VC, Si₃N₄ e TiN/Ti**. 2011. 153f. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) - Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, 2011.

ALBARO, J.L.A. (Ed.). Revista Cerâmica Industrial. **A operação de prensagem: considerações técnicas e sua aplicação industrial. Parte V: Descrição da etapa de prensagem**, São Paulo. Maio/ Junho; v.6 (3), 2001. 26-32.

ARDEN et al. **Nierite(Si₃N₄), a new mineral from ordinary and enstatite chondrites**. Meteoritics, USA, v.30, n.7, p.387, 1995.

ASKELAND, D.R. **The Science and Engineering of Materials**, 2nd ed. London: Chapman and Hall, 1990. XVI, 880 p.: ill. ; 24 cm.

BALDACIM, S. A. **Desenvolvimento, processamento e caracterização de compósitos cerâmicos Si₃N₄-SiC (^)**. 2000. 198f. f. Tese de doutorado (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear- Materiais) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2000.

BARBIERI, R. A. **Influência da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas de molas de alumina injetadas em baixa pressão**. 2011. 119 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade de Caxias do Sul, Caxias do Sul, 2011.

CALLISTER Jr, W.D. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução**. 5. ed. Rio de Janeiro: LTC – Livros Técnicos e Científicos Editora S. A, 2002. p. 589.

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. **Ceramic Materials: Science and Engineering**. 40 2nd ed. New York: Springer, 2007. 734p.

CHAGAS, S. **Desenvolvimento de Compósitos a Base de Nitreto Cúbico de Boro com Matriz de Nitreto de Silício para Produção de Ferramentas**. 2012. 227f. Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro - UENF, Rio de Janeiro, 2012.

COUTINHO, A. C. DE S., **Influência da Adição de Carbetos (NbC, TaC, SiC e TiC) Na Sinterização de Cerâmicas a Base de Si₃N₄**. 2005. Tese (Doutorado em Ciências) - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN, Universidade de São Paulo, 2005.

CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 2, 2003, Caxambu (Minas Gerais). **Desenvolvimento de Pastilhas de Si₃N₄-AlN-Y₂O₃ com**

Elevada Resistência Mecânica. Anais do II Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Uberlândia: UFU, 2003.

FERREIRA, V. **Ultra-Baixo Coeficiente de Atrito entre o Par Cerâmico $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-Al}_2\text{O}_3$ em Água.** f. 108, 2008. Tese (Doutorado em Engenharia) - Escola Politécnica da USP, São Paulo, 2008.

FONSECA, S. T. **Processamento e caracterização de pós e de cerâmicas de alumina total e parcialmente nano-estruturadas.** 2007. 89f. Dissertação (Mestrado em Nanotecnologia, nano partículas, cerâmica) - INPE, São Jose dos Campos, 2007.

FURUKAWA, E.; BERNARDINI, P.A.N.; MARCONDES, P.V.P.; **Influência do tamanho de partícula na sinterização de contatos elétricos com alta fração de fase líquida,** Anais do 15º Congresso Brasileiro de Engenharia Mecânica, Águas de Lindóia – São Paulo, 1999.

GOMES, U. U. **Tecnologia dos Pós: Fundamentos e Aplicações,** Natal/RN. Universidade Federal do Rio Grande do Norte. Editora Universitária, 1995.

GON, R.; SANTOS, P. S. B.; SOUZA, M. R. **Estudo de caso sobre Materiais Cerâmicos.** 2007. 37f. Monografia (Tecnologia em Materiais de construção mecânica) - Centro Universitário Católico Salesiano Auxilium de Araçatuba SP, Araçatuba, 2007.

GUI, Liu-cheng et al. **Effects of whisker-like b- Si_3N_4 seeds on phase transformation and mechanical properties of a/b Si_3N_4 composites using MgSiN_2 as additives.** *Ceramics International*, China, n.39, p.2743-2751, 2013.

JANSSEN *et al.* **Mechanical characterization of highly porous b- Si_3N_4 ceramics fabricated via partial sintering & starch addition.** *Journal of The European Ceramic Society*, Germany/Turkey, n.33, p.1507-1515, 2013.

JIANG, D.; XIA, Y.; ZENG, Y. **Microstructure and mechanical properties of porous Si_3N_4 ceramics prepared by freeze-casting.** *Materials and Design*, China, n.33, p.98-103, 2012.

JIN, F et al. **Effect of porous Si_3N_4 perform on the mechanical properties of $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{Al}$ composites with interpenetrating network structure.** *Materials Science & Engineering A*, Japan/China, n.607, p.307-312, 2014.

JOHNSTON, M.W. and Little, J.A.; **Degradation of oxidized $\text{SiC-Si}_3\text{N}_4$ in molten aluminium.** *J. Mater. Sci.* 25 (1990), pp. 5284–5290.

KINGERY, W. D., BOWEN, H.K., UHLMANN, D. R., **Introduction to Ceramics.** 2nd.ed. New York: John Wiley, 1976, p. 1032.

KIM, J., ROSENFLANZ, A., CHEN, I.-W., *J. Amer. Ceram Soc.*, 83 [7], 1819-1821, 2000.

KURAMA, S.; HERRMANN, M. and MANDA, H.; **The effect of processing conditions, amount of additives and composition on the microstructures and mechanical properties of α -SiAlON ceramics**, Journal of the European Ceramic Society , Volume 22, January 2002, p 109-119.

MARCHI, J. **Estudo de sinterização de cerâmicas à base de nitreto de silício utilizando-se como aditivos óxidos de cério e alumínio**. 1999. Dissertação (Mestrado em Ciência na área de tecnologia nuclear) - São Paulo, S.P. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, p.139.

MARIN, C. **Revestimentos protetores de nitreto de silício para aplicações tribológicas extremas**. Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) - Universidade de Caxias do Sul. Caxias do Sul/RS 2010, p.70.

MELO, F. C. L. **Efeito de aditivos na sinterização de carbeto de boro**. 1994. 127f. Tese (Doutorado em Tecnologia Nuclear) - Instituto de pesquisas energéticas e nucleares - Autarquia associada à Universidade de São Paulo, São Paulo, 1994.

MOTTA, J. F. M.; CABRAL JUNIOR, M.; TANNOM L. C.; ZANARDO, A.; **As matérias-primas cerâmicas. Parte II: Os minerais industriais e as massas da cerâmica tradicional**. *Cerâmica Industrial*, São Paulo, v. 7, n. 1, p. 33-40, 2002.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL JUNIOR, M. **As matérias-primas cerâmicas. Parte I: O perfil das principais indústrias cerâmicas e seus produtos**. *Cerâmica Industrial*, São Paulo, v. 6, n. 2, p. 28-39, 2001.

MOTTA, J. F. M.; ZANARDO, A.; CABRAL JÚNIOR, M.; TANNO, L. C.; CUCHIERATO, G. **As matérias-primas plásticas para a cerâmica tradicional: argilas e caulins**. *Cerâmica Industrial*, São Paulo, v. 9, n. 2, p. 33-46, 2004.

NORTON, F. H. **Introdução à tecnologia cerâmica**. São Paulo: Edgard Blucher Ltda, 1973. 324 p.

PEREIRA *et al.* **Análise das propriedades de ferramenta de corte cerâmicas de nitreto de silício (Si_3N_4) usando diferentes aditivos**. *Cadernos Unifoa*, Volta Redonda/RJ, n.6, p.11, 2013.

RANIERI, M.G.A.; **Caracterização tecnológica das argilas da cidade de Cunha para fins de cerâmica artística**. Guaratinguetá: [s.n.], 2007 104 f.: il.

RIBEIRO, S.; **Estudo comparativo das propriedades do nitreto de silício sinterizado com óxido de ítrio/óxido de silício e concentrado de óxidos de ítrio e terras raras/óxido de silício**. Faculdade de Engenharia Química de Lorena FAENQUIL, PhD thesis. 1997. p. 194

RIBEIRO, S.; STRECKER, K., VERNILLI, Jr F; **Estudo comparativo da oxidação do nitreto de silício sinterizado com óxidos de ítrio e de terras raras**, in: L. Guerra Rosa (Ed.), Encontro Nacional da Sociedade Portuguesa de Materiais 8,

Materiais'97, vol. 2, Marinha Grande, Portugal, Anais, Sociedade Portuguesa de Materiais, Aveiro, 1997, pp. 133– 41.

RIBEIRO, S.; VERNILLI, Jr F; STRECKER, K.; **Microestrutura e fases presentes em Si_3N_4 aditivado com Y_2O_3 / SiO_2 ou concentrado misto de terras raras (RE_2O_3)/ SiO_2** . Cerâm. ABC 44 285/286 (1998), p. 43.

RICHERSON, D. W. **Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design**. Inc New York, Marcel Dekker, 1992. Cap. 16: Failure Analysis, p. 680-730.

ROSA, A. L.; SHAREEF, M. Y.; van NOORT, R. **Efeito das condições de preparação e sinterização sobre a porosidade da hidroxiapatita**. Pesqui Odontol Bras, v. 14, n. 3, p. 273-277, jul./set. 2000.

SANTOS, A. de O. **Multicamadas Antirrefletoras de Dióxido de Silício (SiO_2) e Nitreto de Silício (Si_3N_4) para Células Solares**. 2013. Dissertação (Mestrado em Ciências de Materiais) - Instituto Militar de Engenharia, IME, Rio de Janeiro.

SANTOS, C. et al. **Obtenção in situ do compósito alfa- SiAlON-SiC** . Cerâmica, São Paulo, v.51, n.320, Dez. 2005.

SANTOS, C. et al. **Caracterização estrutural por difração de raios X de alta resolução de SiAlONs sinterizados com diferentes aditivos**. Cerâmica, Dez 2005, vol.51, no.320, p.313-317. ISSN 0366-6913.

SANTOS, P. S. **Tecnologia de argilas: aplicação às argilas brasileiras**. São Paulo: 44 Edgard Blucher, 1975. 340 p.

SILVA C.C.G. **Estudo de sinterização de nitreto de silício com adições dos óxidos de lantânio, gadolínio e alumínio**. 2000. Dissertação (Mestrado em Ciências) - São Paulo, SP. Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, IPEN, Autarquia Associada à Universidade de São Paulo.

SILVA, J.R. R; PORTELLA, K.F. **Caracterização físico-química de massas cerâmicas e suas influências nas propriedades finais de revestimentos cerâmicos**. Cerâmica Industrial, v. 10, 2005.

SILVA, J. S. R. **Comparação do desempenho de ferramentas de cerâmica no faceamento de ferro fundido nodular no estado endurecido**. 2012. 53f. Dissertação (Mestrado em Exatas) - Universidade Federal de São João del-Rei. Departamento de Engenharia Mecânica, 2012. SILVA, R.F., VIEIRA, J. M., Int. J. Hard Met Ref. Mater. 3(1), 1992, 63.

SOUZA, J. V. C. **Desenvolvimento de pastilhas cerâmicas à base de Si_3N_4 para aplicações tribológicas**. 2005. 134f. Tese (Doutorado em Exatas) - Faculdade de Engenharia do Campus de Guaratinguetá - Universidade Estadual Paulista, 2005.

SOUZA, J. V. C. **Estudo dos tipos e mecanismos de desgastes na usinagem do ferro fundido vermicular (CGI) usando ferramenta de corte a base de Si₃N₄**. Congresso Brasileiro de Cerâmica, Florianópolis, n.52, p. Anais, 2008.

STRECKER, K., et al.; **Substitution by a rare earth oxide mixtures ats sintering additive of Si₃N₄ ceramics**. Mater. Lett. 45 (2000), pp. 39–42. 17 Cadernos UniFOA Edição Especial do Curso de Mestrado Profissional em Materiais - Junho/2013.

TRENT, E. M., WRIGHT, P. K., (2000), **Metal Cutting**, Butterworth Heinemann 4th ed., Woburn, United States, 446p.

TRENT, E.M.; **Metal cutting and the tribology of seizure: I seizure in metal cutting** Wear, Volume 128, Issue 1, 15 November 1988, Pages 29-45.

VAN VLACK, L.H. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. 14. ed. São Paulo: Editora Edgard Blücher; USP, 1976. 318p.

WU, J.; YANG, J.; ZHANG, X. **Pore morphology designs of porous Si₃N₄-based ceramics using Si₃N₄ and Al₂O₃ poly-hollow microspheres as pore-forming agents**. Materials Letters, China, v.39, n.144, p.www.elsevier.com/locate/matlet, 2015. YU et al (Ed.). Preparation, characterization and luminescence properties of porous Si₃N₄ ceramics with Eu₂O₃ as sintering additive. Journal of Luminescence, China/Holanda, n.130 (12), p.2298-2304, 2010.