

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

DEFESA DE DISSERTAÇÃO

JOAQUIM LOPES PEREIRA
jokakim77@yahoo.com.br

Banca Examinadora

Orientador: Prof. Dr. Ricardo de Freitas Cabral

Co-Orientador: Prof. Dr. José Vitor Candido de Souza

Prof^ª. Dr^ª. Esoly Madeleine Bento dos Santos

Prof. Dr. Sergio Roberto Montoro

VOLTA REDONDA, 28/10/2016.

TÍTULO DO TRABALHO

DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICAS À
BASE DE Si_3N_4 PARA APLICAÇÕES
ESTRUTURAIS

Introdução

SUMÁRIO:

INTRODUÇÃO

1. MOTIVAÇÃO

2. OBJETIVOS

3. JUSTIFICATIVAS

4. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

5. GENERALIDADES DE ALGUMAS LIGAS METÁLICAS

6. MATERIAIS E MÉTODOS

7. PRODUÇÃO DAS FERRAMENTAS CERÂMICAS

8. CARACTERIZAÇÕES

9. PARÂMETROS DE USINAGEM

10. RESULTADOS E DISCUSSÕES

11. CONCLUSÕES

12. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Introdução

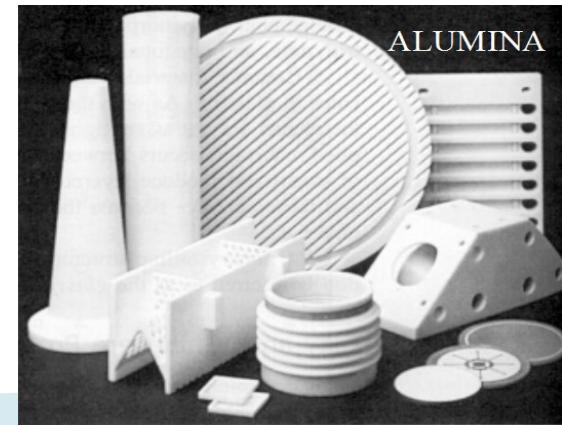
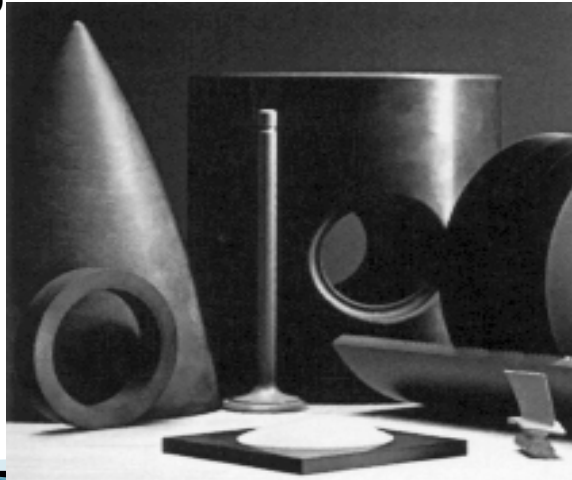
JUSTIFICATIVA:

- Espera-se que esse projeto promova avanços na obtenção de propriedades da ferramenta desenvolvida, com conseqüente melhoria da resistência mecânica, confiabilidade, redução de custo e melhora nos processos.
- Pretende-se obter importantes avanços nos estudos relacionados à aplicação de ferramentas cerâmicas desenvolvidas no Brasil na usinagem de ligas resistente ao calor.
- Intenciona-se obter o domínio da tecnologia de fabricação desses produtos no Brasil. Desta forma, pode-se evitar ou reduzir a sua importação.

Introdução

MATERIAIS CERÂMICOS:

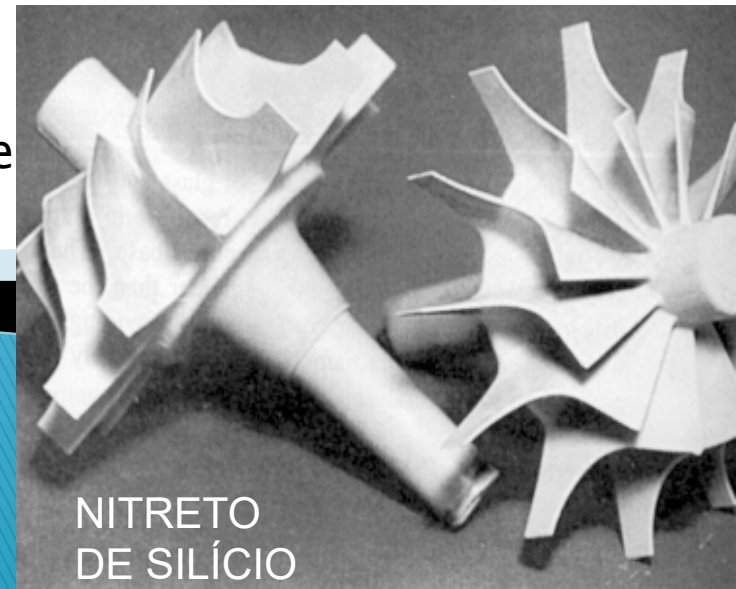
Cerâmicas surgiram do primeiro exercício de engenharia de materiais do homem, há mais de 9.000 anos, e a palavra “cerâmica” se origina da palavra grega “keramikos”: material queimado, e vem evoluindo com o passar do tempo



Introdução

MATERIAIS CERÂMICOS:

- Materiais cerâmicos são geralmente uma combinação de elementos metálicos e não-metálicos (formam óxidos, nitretos e carbetos);
- Geralmente a ligação predominante é iônica;
- Geralmente são isolantes de calor e eletricidade;
- São mais resistentes à altas temperaturas (devido ao elevado PF) e à ambientes severos que metais e polímeros;
- Com relação às propriedades mecânicas as cerâmicas são duras, porém frágeis;
- Em geral são leves;
- materiais cerâmicos usados industrialmente se dividem em dois grupos: □
- Cerâmicas tradicionais □
- Cerâmicas avançadas;



NITRETO
DE SILÍCIO

Introdução

CERÂMICAS ESTRUTURAIS AVANÇADAS:

O termo cerâmicas “estruturais” é aplicado a materiais que possuem geralmente pequenos tamanhos de grãos, são virtualmente isentos de poros e possuem resistência à fratura e elevada dureza.

Elas não devem ser confundidas portanto, com os produtos estruturais de argila e também não devem ser confundidas com refratários pesados usados primariamente em aplicações de suporte de cargas compressivas em temperaturas elevadas.



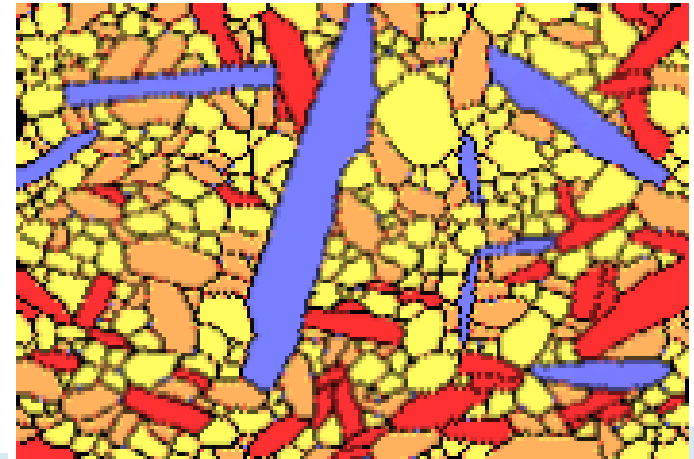
Introdução

CERÂMICAS ESTRUTURAIS AVANÇADAS:

Os materiais de maior interesse para cerâmicas estruturais são carbeto de silício (SiC), nitreto de silício (Si₃N₄), certos óxidos como a zircônia (ZrO₂) especialmente processados e uma variedade de compósitos de matriz cerâmica.

Nitreto de silício (Si₃N₄):

Tem uma porosidade residual, porém é bastante adequada para muitas aplicações estruturais. Numa microestrutura de cerâmicas de nitreto de silício, a forma alongada de alguns grãos faz aumentar a tenacidade dessas cerâmicas.



Introdução

Existe uma crescente necessidade de desenvolvimento de novos materiais e melhoria dos processos de fabricação, em função do crescimento das empresas e preocupação com o meio ambiente.

Dominar as tecnologias de produção e aplicação de ferramentas de corte são estrategicamente interessantes para o país, promovendo avanços tecnológicos e reduções de custos, pois existe poucos estudos relacionados à aplicação de ferramentas cerâmicas desenvolvidas no Brasil na usinagem de ligas resistente ao calor.

O uso de fluidos tras diversos prejuizos na usinagem, como: Corrosão de peças e/ou da máquina, Infectação por bactérias, Risco de incêndio, Ataque à saúde, Poluição do Meio-Ambiente e elevação nos custos.

Introdução

OBJETIVOS:

Esse trabalho tem como objetivo o desenvolvimento, e posterior aplicação de ferramentas cerâmicas à base de Si_3N_4 .

- Caracterização da cerâmica a base de Si_3N_4 ;
- Obter propriedades físicas e mecânicas como: baixa porosidade, densidade relativa superior a 97 %, microdureza de 16 a 18GPa e tenacidade à fratura de 4,5 a 6 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$);

Revisão Bibliográfica

•Especificamente, entre os materiais, os cerâmicos apresentam propriedades importantes, principalmente os cerâmicos covalentes que possuem excelentes propriedades para aplicações onde requer: a resistência à abrasão, dureza, resistência a altas temperaturas, etc. sendo um material que possui aplicações nas mais diversas áreas. Grande parte dos estudos, estão relacionados a melhoria de propriedades, principalmente a tenacidade a fratura.

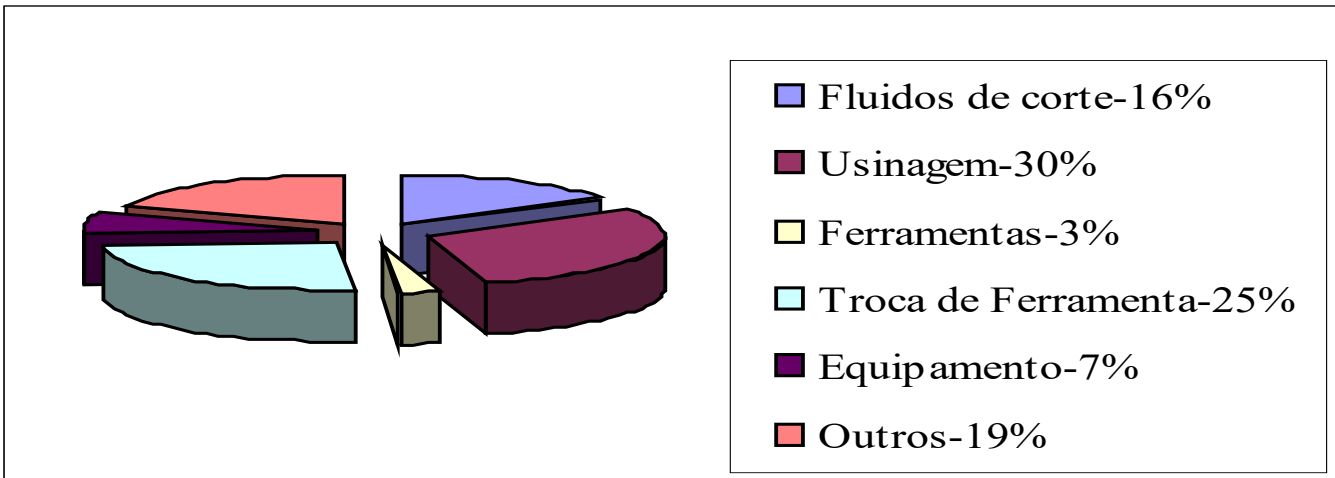
•A usinagem pode ser entendida como sendo um processo de fabricação com remoção de cavaco, conferindo à peça a forma ou as dimensões ou acabamento necessário, baseado no movimento relativo entre a ferramenta de corte e a peça (Moreira, 2002).



Ceramic rotors under commercial production
Materials: Sintered silicon nitride

Revisão Bibliográfica

Divisão dos custos de produção [Kopac, 1998].



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).

Revisão Bibliográfica

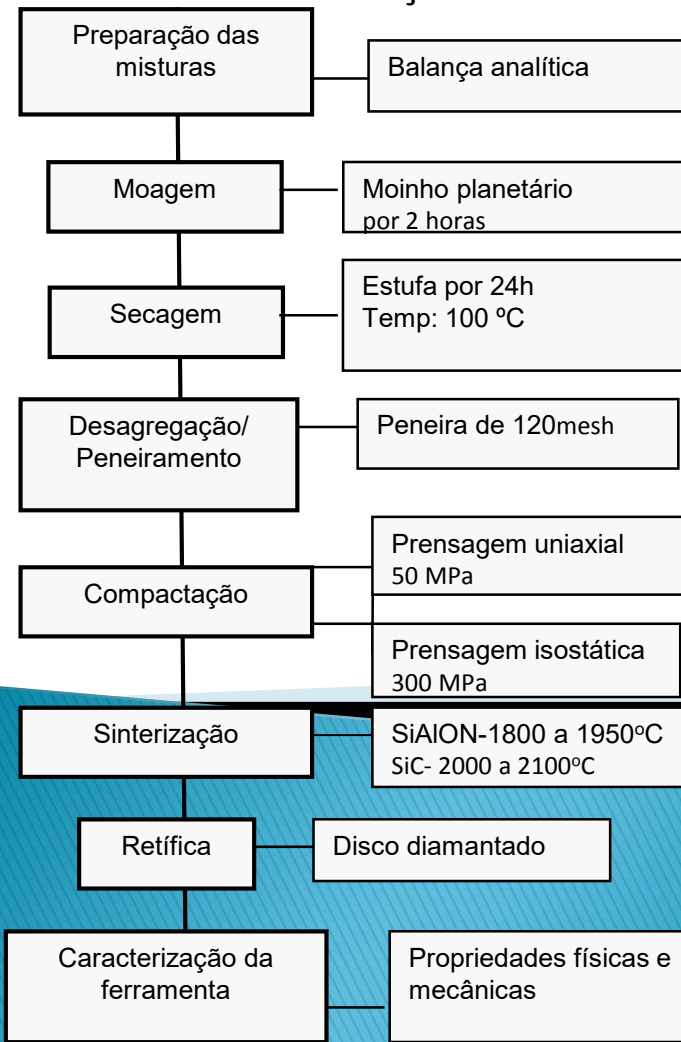
Junto a isso, o uso de fluidos refrigerantes deve ser indesejável em função de seus danos para o meio ambiente e à saúde humana. Com a eliminação de refrigeração, reduz-se os custos de manutenção, de limpeza e de eliminação de vazamentos, reduzindo, assim, os riscos de acidentes ambientais

É percebido nas empresas de usinagem, que a redução de custos no processo de corte, juntamente com a redução da poluição ambiental e o aumento na velocidade de operações, é de fundamental importância para que essa se mantenha competitiva e rentável agora e no futuro.



Materiais e Métodos

O fluxograma abaixo demonstra os passos envolvidos no desenvolvimento e caracterizações da ferramenta cerâmica.

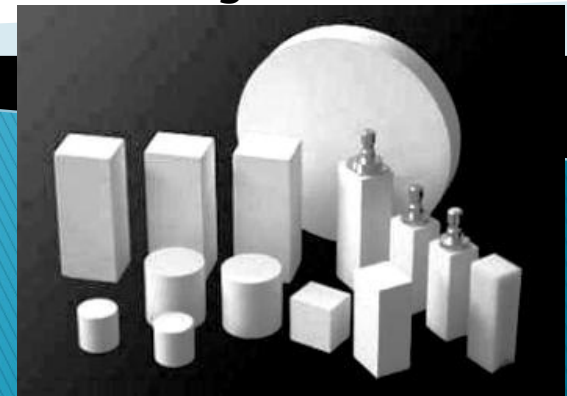


Materiais Utilizados

Nitreto de Silício (Si_3N_4) = Esse material tem sido de grande interesse para os estudiosos, dada a sua penetração no campo de aplicações estruturais de engenharia. Suas propriedades com a baixa densidade, resultam em componentes mais leves, tornando o Si_3N_4 muito útil em determinadas aplicações.

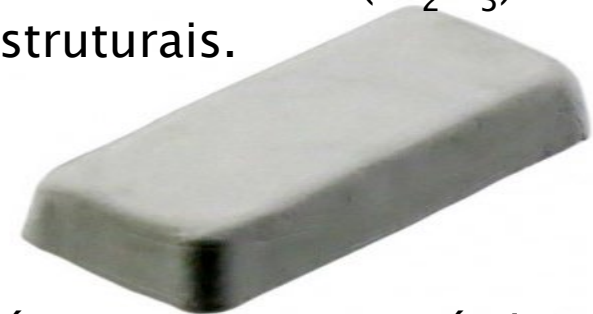


Óxido de Itrio (Y_2O_3) = As propriedades desse material, permite sua utilização na constituição de cerâmicas transparentes resistentes a altas temperaturas, e mais recentemente, na tecnologia de cerâmicos especiais, como supercondutores e ferramentas de corte para usinagem.



Materiais Utilizados

Óxido de Alumínio (Al_2O_3) = A alta refratariedade e dureza desse material, 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.



Nitreto de Alumínio (AlN) = O nitreto de alumínio é um composto químico que possui alta condutividade térmica, resistência mecânica e estabilidade estrutural, mesmo em altas temperaturas. É utilizado como cerâmica semicondutora em dispositivos eletrônicos.

Fórmula: AlN

Massa molar: 40,9882 g/mol

Densidade: 3,26 g/cm³

Ponto de ebulição: 2.517 °C

Ponto de fusão: 2.200 °C

Desenvolvimento da Cerâmica

Composição das misturas = Primeiramente, os pós foram pesados em balança analítica com precisão de duas casas decimais.

Composição % em Peso					
Amostra		Si ₃ N ₄	AlN	Y ₂ O ₃	Al ₂ O ₃
A	SNYAL10	86,48	-	7,72	5,80
B	SNYA15	82,86	10,63	6,51	-
C	SNYA20	77,35	14,04	8,60	-

Prensagem a frio = Tem objetivo de obter maiores resultados de densidade a verde, para a eliminar quase todos os problemas de gradiente de pressão de compactação ao longo do corpo de prova, facilitando assim seu manuseio.

Sinterização = A sinterização das amostras foi realizada em forno com resistência de grafite, sob atmosfera de N₂



Caracterização da Cerâmica

PROPRIEDADES FÍSICAS

Densidade de massa aparente = Pesou-se as amostras sinterizadas, em balança de precisão, visando verificar a perda de massa dos corpos cerâmicos durante a sinterização, comparando as massas sinterizadas com a massa do corpo à verde.

Tabela 6 Massas específicas utilizadas para os cálculos.

Material	α -Si ₃ N ₄	β -Si ₃ N ₄	AlN	Al ₂ O ₃	Y ₂ O ₃
Massa específica (g/cm ³)	3,19	3,21	3,26	3,98	5,01

Caracterização da Cerâmica

PROPRIEDADES FÍSICAS

Análise por difração de raios-x (DRX) = Tem objetivo de identificar as fases presentes no material produzido.

Microscopia eletrônica de varredura (MEV) = Fornece informações de detalhe, com aumento de até 300.000 vezes. A imagem é formada pela incidência de um feixe de elétrons no material, sob condições de vácuo. A incidência do feixe de elétrons no material promove a emissão de elétrons secundários, retroespalhados, auger e absorvidos, assim como de raios X característicos e de catodoluminescência (Reed, 1996)

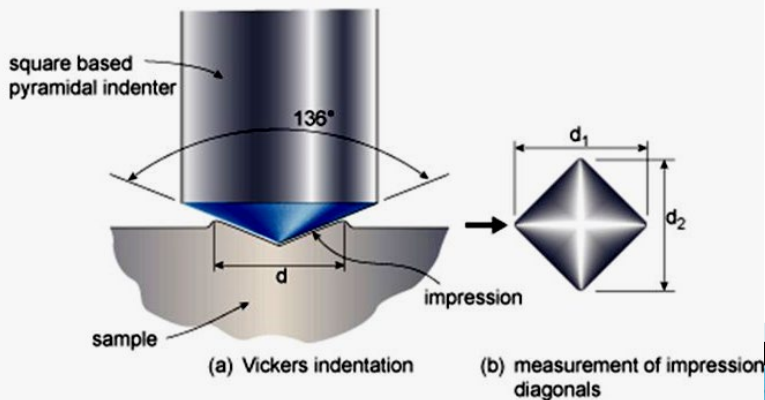


Microscópio eletrônico de varredura ambiental,
modelo Quanta 200 FEG

Caracterização da Cerâmica

Propriedades Mecânicas = 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 pelo método chevron.

✦ Dureza Vickers



Tenacidade a fratura

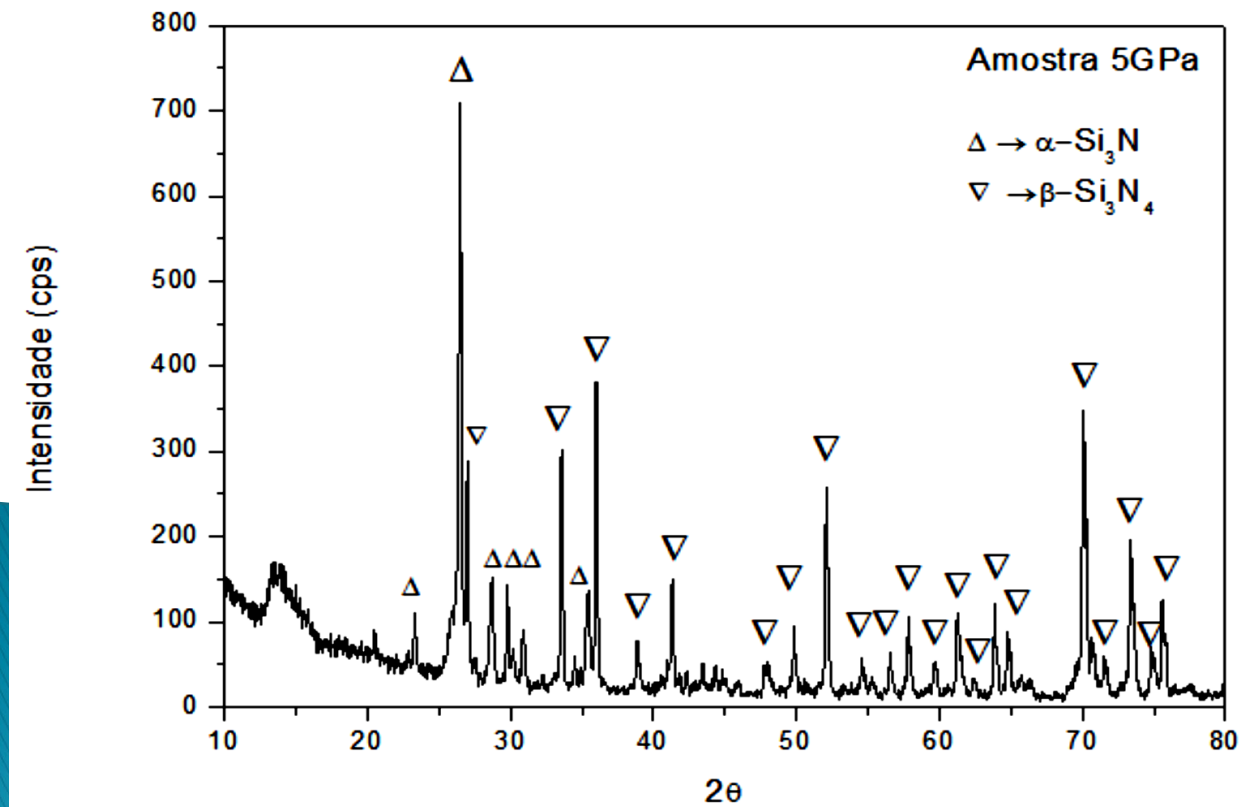
- A medida da habilidade de um material cerâmico em resistir à fratura quando uma trinca está presente
- Em deformação plana, KIC

$$K_{Ic} = Y\sigma\sqrt{\pi a}$$

Y - parâmetro ou função adimensional - depende da amostra e das geometrias da trinca
 σ - tensão aplicada
a - comprimento de uma trinca de superfície, ou a metade do comprimento de uma trinca interna.

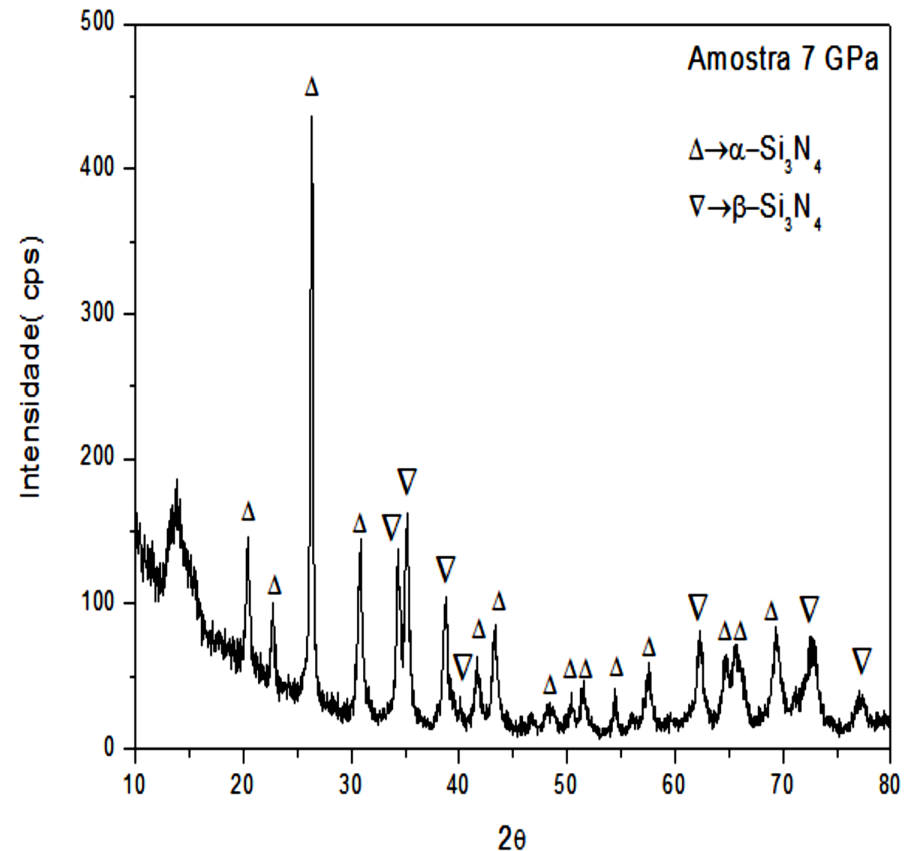
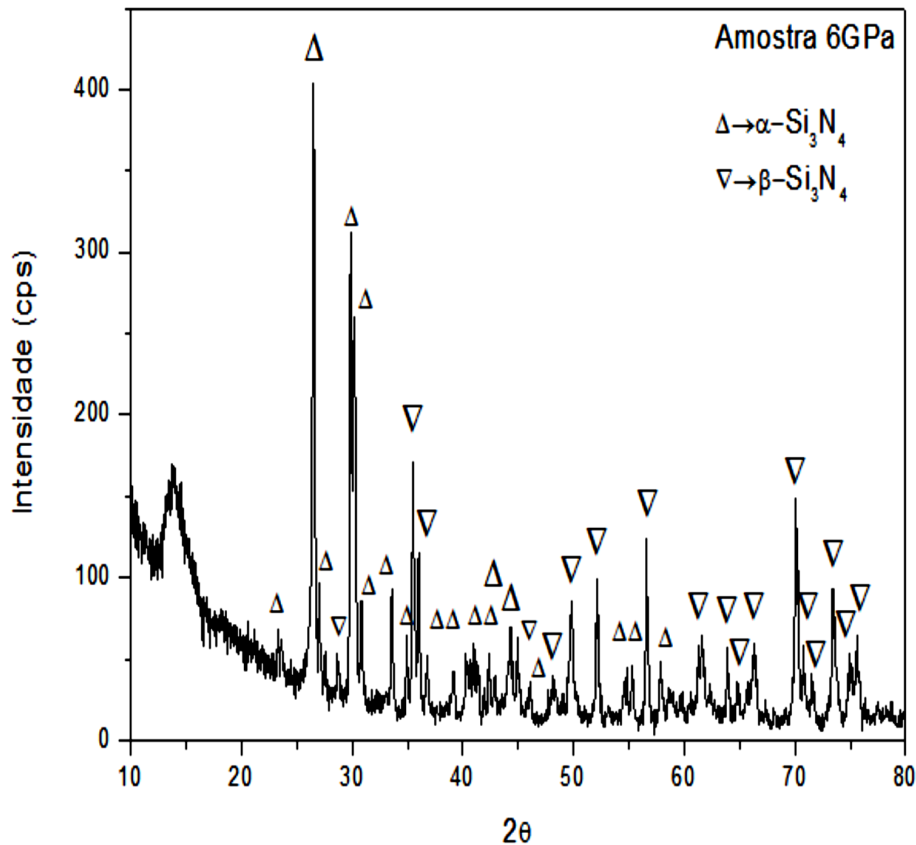
Resultados e Discussão

As propriedades físicas e mecânicas mostraram diferentes valores em função dos diferentes tipos de aditivos utilizados. Entretanto os resultados apresentam importantes avanços no desenvolvimento de novos materiais cerâmicos.



Resultados e Discussão

Observa-se nos diagramas que nem todo α foi transformado em β , em função do curto tempo de sinterização, que foi de três minutos.



Resultados e Discussão

É importante salientar que o principal objetivo 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 entre eles. Nota-se a presença de fase β em todas as amostras, e apenas na amostra de 7 GPa, que esses picos de β tem menor intensidade, indicando que pressões muito elevadas podem suprimir a transformação $\alpha \rightarrow \beta$.

Interessante observar que a transformação $\alpha \rightarrow \beta$ afeta marcadamente a tenacidade à fratura, pois, os grãos β geram o mecanismo de tenacificação em cerâmicas avançadas à base de nitreto de silício. Neste caso, a mais baixa pressão, 5GPa, propiciou maiores resultados de K1c.

Resultados e Discussão

DENSIDADES RELATIVAS, PERDA DE MASSA E RETRAÇÃO LINEAR:

A perda de massa é um fenômeno que ocorre durante a sinterização, e está diretamente relacionada com a volatilização dos óxidos durante a sinterização.

De acordo com recentes estudos, a retração linear, densificação e a perda de massa iniciam-se em torno de 1250 °C, e vai aumentando sua proporção em função do tempo e da temperatura de sinterização.

Resultados e Discussão

Abaixo, estão os valores de densidade relativa, perda de massa e retração linear das cerâmicas.

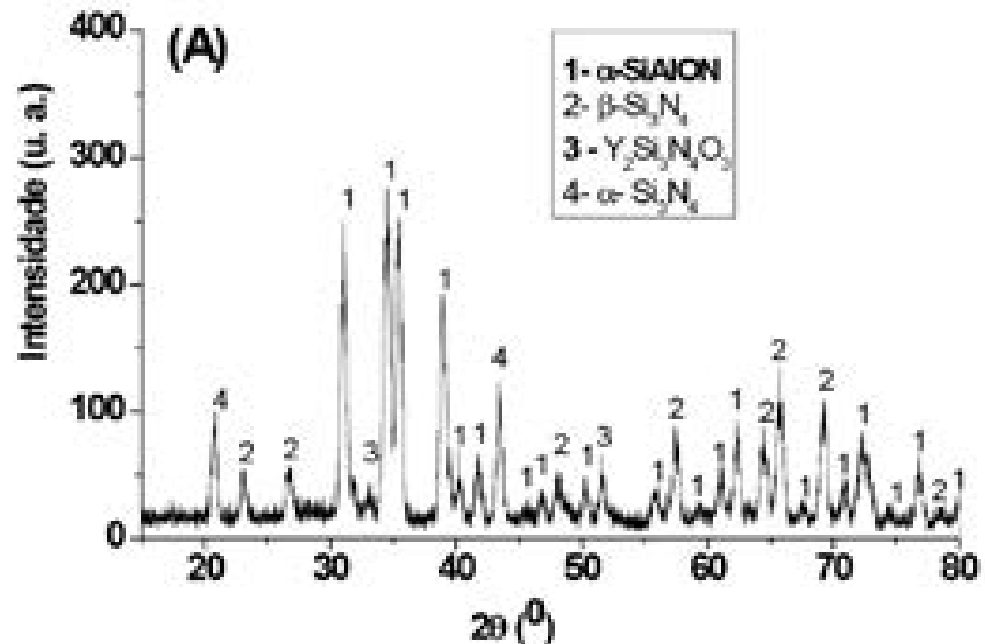
Composição (wt.%)	Densidade relativa (%)	Retração linear (%)	Perda de massa (%)
A	$98,40 \pm 0,18$	$16,34 \pm 0,34$	$2,80 \pm 0,22$
B	$97,94 \pm 0,25$	$15,96 \pm 0,23$	$3,75 \pm 0,35$
C	$97,21 \pm 0,43$	$15,38 \pm 0,18$	$4,48 \pm 0,41$

Os resultados mostrados na Tabela anterior, permitem concluir que os líquidos formados apresentam baixa viscosidade promovendo rápida densificação. Nessas condições vários elementos vão sendo volatilizados.

Resultados e Discussão

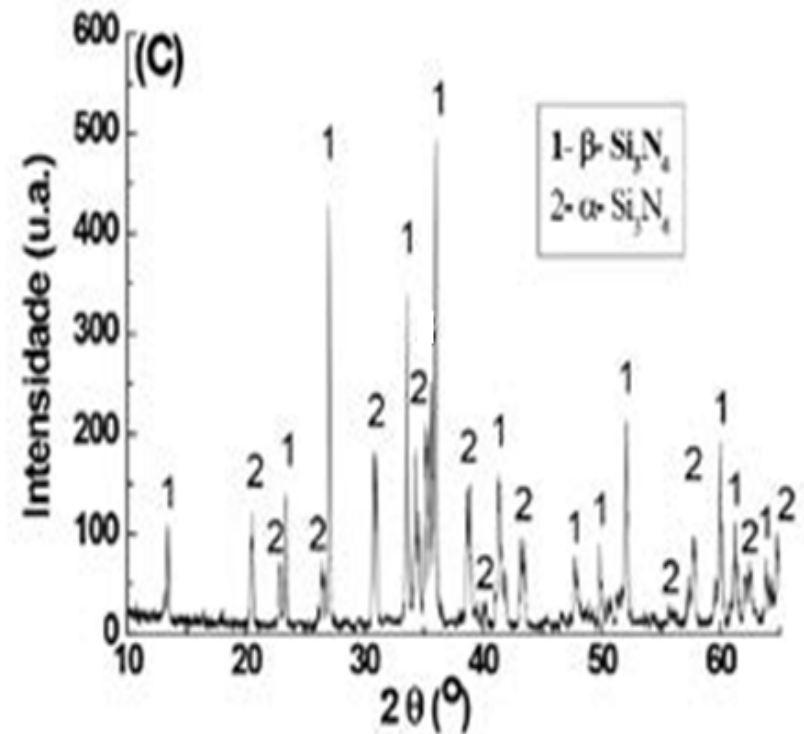
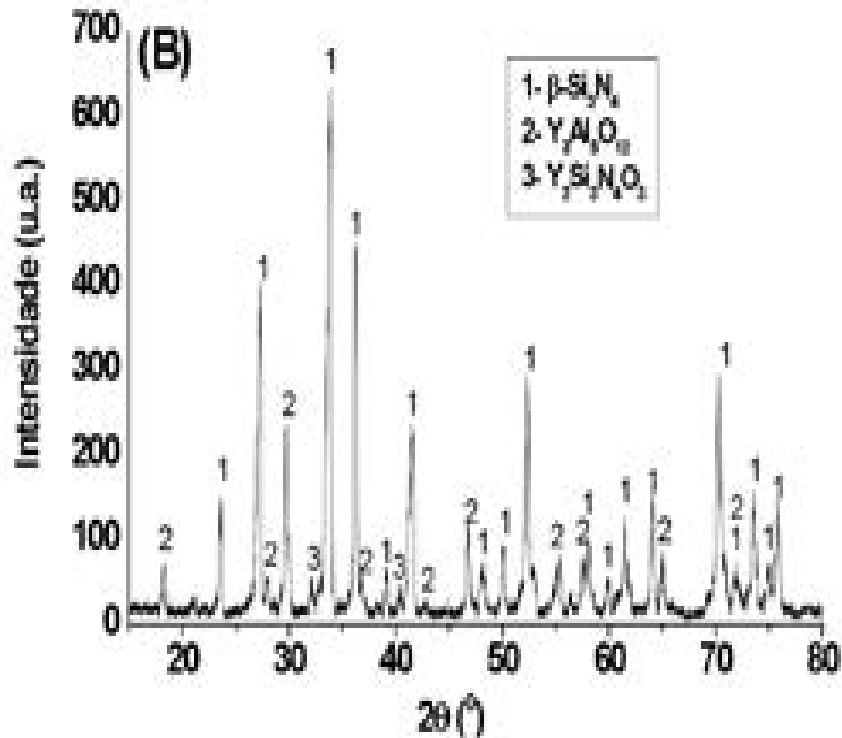
ANÁLISES DAS FASES PRESENTES NAS CERÂMICAS SINTERIZADAS

Os resultados de difração de raios-X mostram as fases obtidas em função dos tipos de aditivos utilizados. As cerâmicas que foram aditivadas com Y_2O_3 (fig.A) mostrou predominância da fase α -SiAlON, enquanto que as amostras com Al_2O_3 (fig.B) e CeO_2 (fig.C) mostraram predominância da fase β - Si_3N_4 .



Resultados e Discussão

ANÁLISES DAS FASES PRESENTES NAS CERÂMICAS SINTERIZADAS



Resultados e Discussão

PROPRIEDADES MECÂNICAS:

Dureza e tenacidade à fratura das cerâmicas

A dureza e tenacidade à fratura que foram obtidas por ensaios são mostradas na tabela abaixo.

Composição	Propriedades mecânicas	
	Dureza (GPa)	Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})
A	19,07 ± 0,15	5,60 ± 0,21
B	18,58 ± 0,14	5,89 ± 0,23
C	17,20 ± 0,25	6,80 ± 0,34

Conclusões

- Os resultados obtidos mostram 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.
- Como resultados pode-se observar que o Al_2O_3 apresenta propriedades promissoras para substituição do Y_2O_3 como aditivos. Entretanto, para cada tipo de aditivo se faz necessário estudo mais aprofundado dos parâmetros de sinterizações. Isso também é possível para o uso de CeO_2 como aditivo.
- Foram alcançados bons valores de dureza, o maior deles, 19,07 GPa, obtido na amostra A.
- Os resultados de tenacidade a fratura estão entre 5,6 a 6,8 $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, para as amostras dos três grupos, resultado bom, considerando que a maior tenacidade à fratura representa maior vida útil da ferramenta de corte.

Referências Bibliográficas

- ARDEN et al. Nierite(Si_3N_4), a new mineral from ordinary and enstatite chondrites. Meteoritics, USA, v.30, n.7, p.387, 1995.
- 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.
- CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA DE FABRICAÇÃO, 2, 2003, Caxambu (Minas Gerais). Desenvolvimento de Pastilhas de $\text{Si}_3\text{N}_4\text{-AlN-Y}_2\text{O}_3$ com Elevada Resistência Mecânica. Anais do II Congresso Brasileiro de Engenharia de Fabricação, Uberlândia: UFU, 2003.
- SANTOS, C. et al. Obtenção in situ do compósito alfa-SiAlON-SiC. Cerâmica, São Paulo, v.51, n.320, Dez. 2005.
- 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.