



# Centro Universitário de Volta Redonda – UNIFOA

## Mestrado Profissional em Materiais

### *DISSERTAÇÃO DE MESTRADO*

---

**“DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE  $Al_2O_3$  DO FORNO  
DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS  
SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS  
DAS PLACAS COMERCIAIS”**

---

**ALUNO: MARCIO BARRETO CARNEIRO**

**ORIENTADOR: PROF. BOJAN A. MARINKOVIC**

*06 de dezembro de 2014*

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

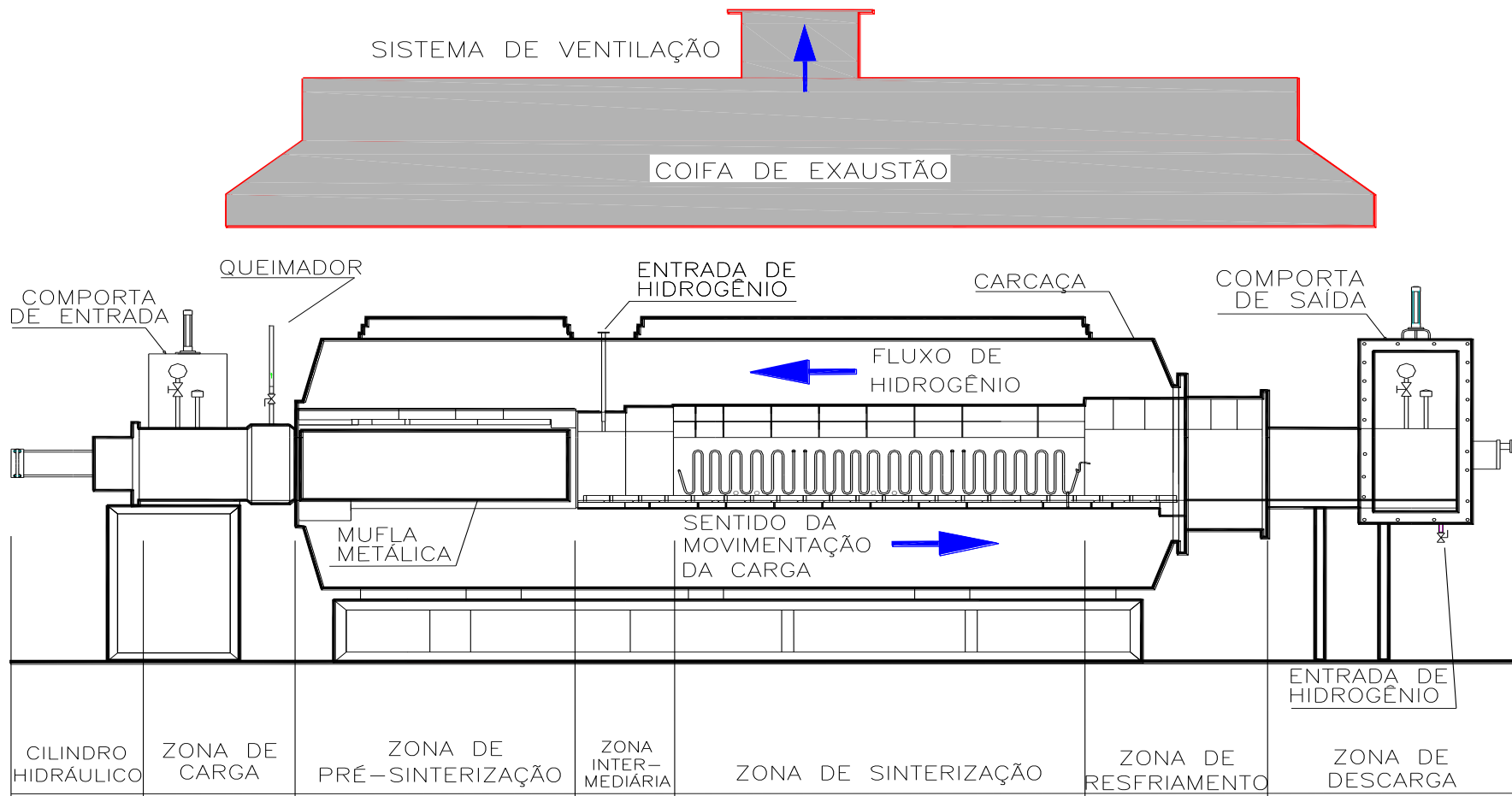
## APRESENTAÇÃO

- 1. Introdução;**
- 2. Revisão Bibliográfica;**
- 3. Objetivos;**
- 4. Materiais e métodos;**
- 5. Resultados;**
- 6. Discussões;**
- 7. Conclusões;**

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

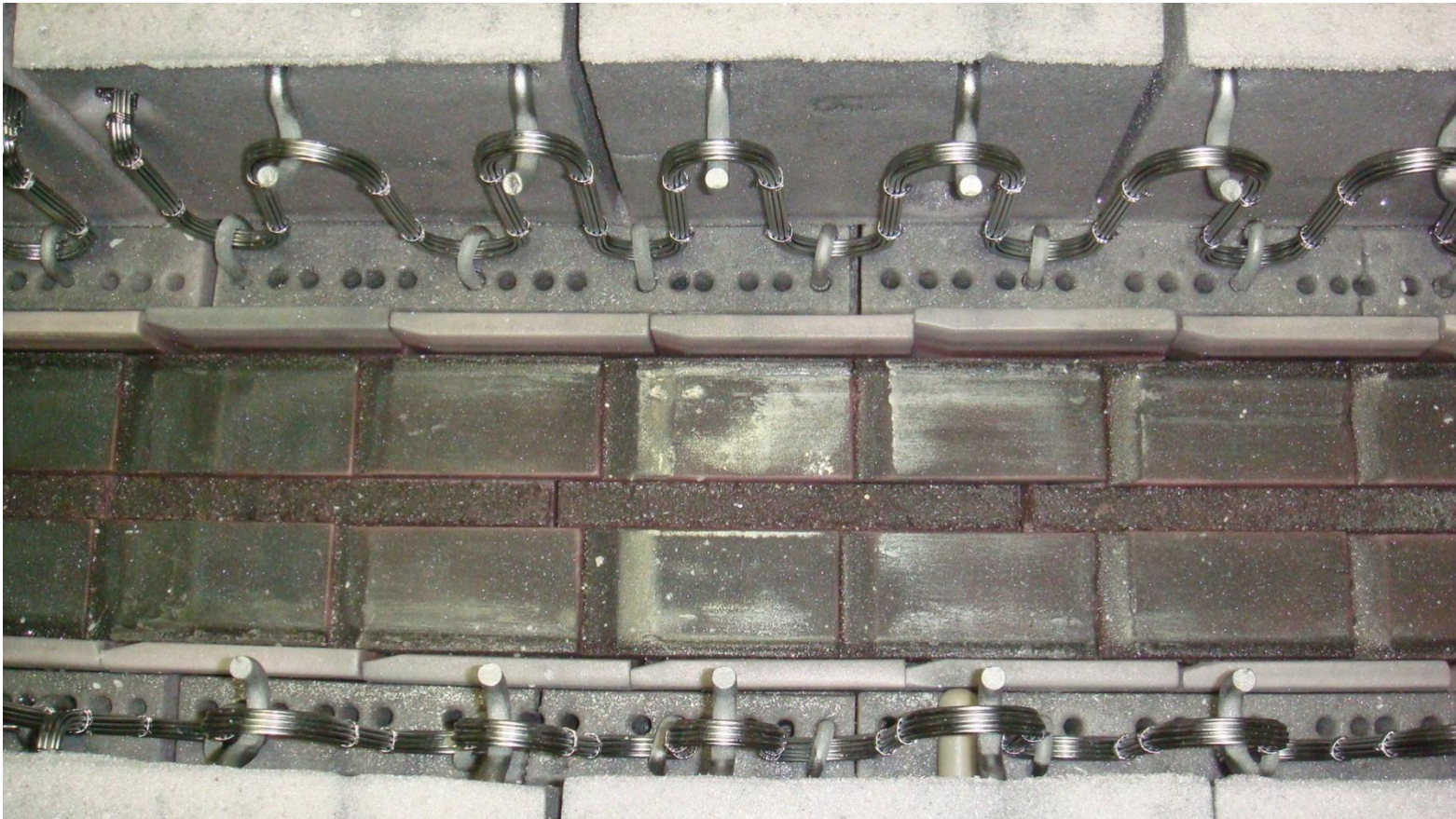
## Introdução

→ Desenho Esquemático do Forno de Sinterização de Pastilhas de  $\text{UO}_2$



# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Introdução



Vista superior do túnel de sinterização



# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

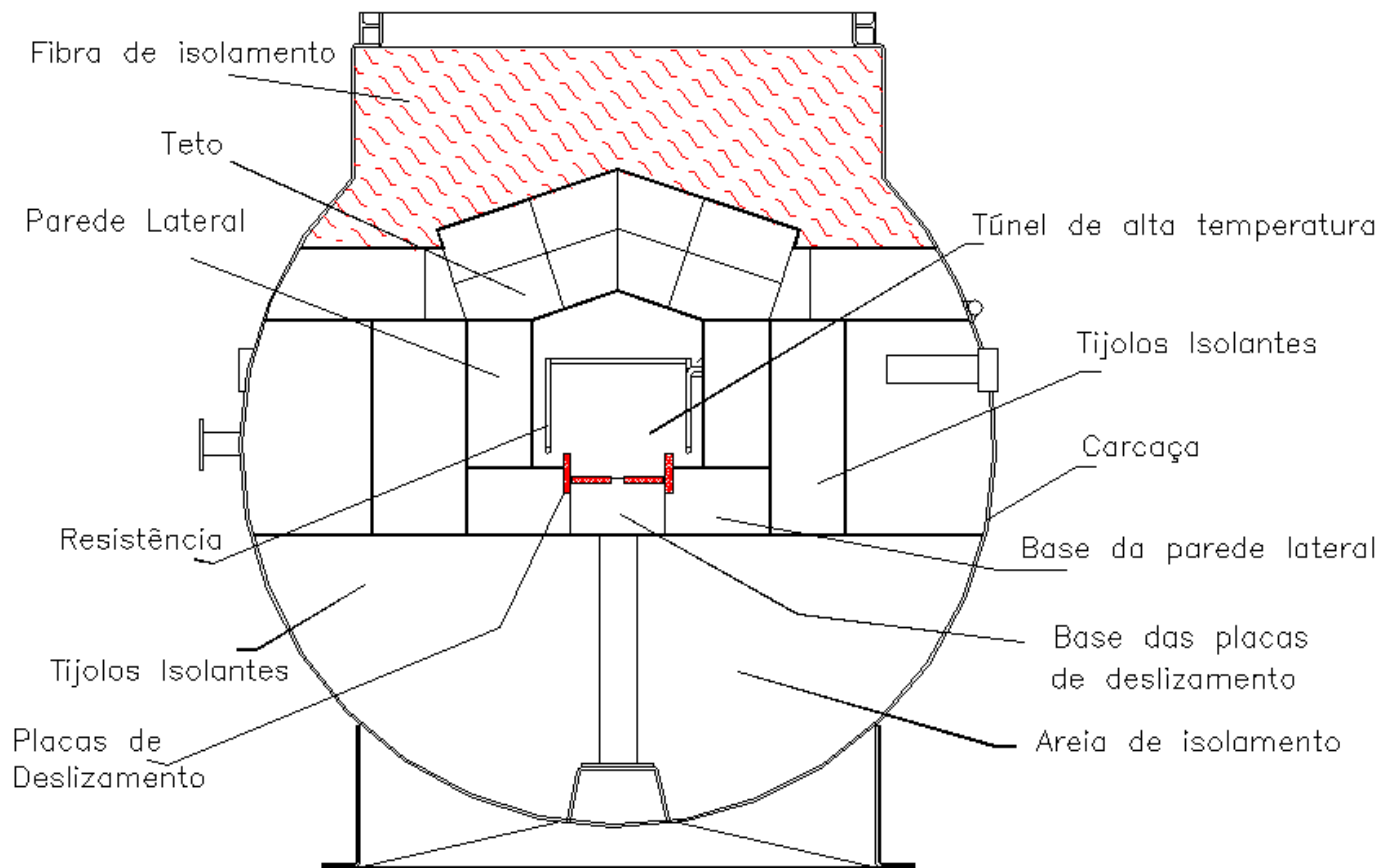
## Introdução



NAVETA COM PASTILHAS DE  $\text{UO}_2$

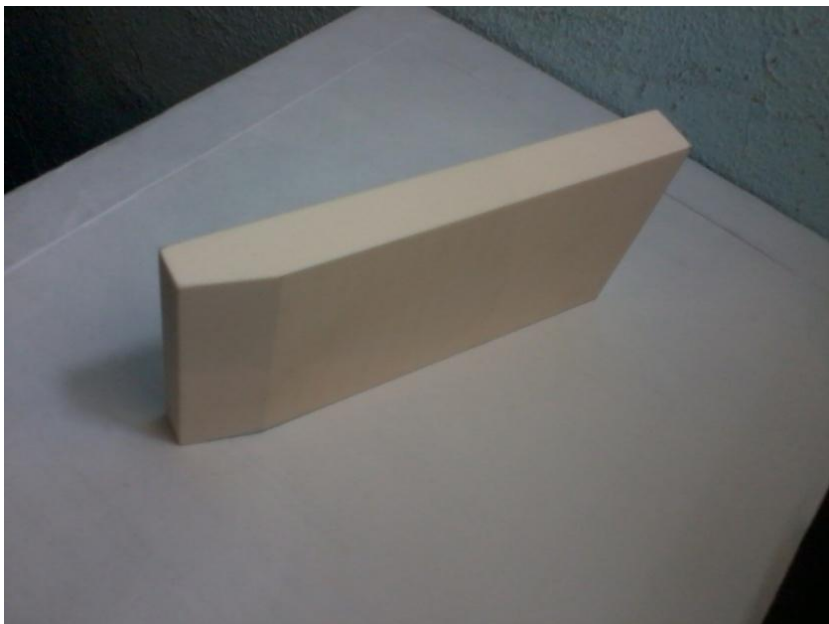
# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Introdução

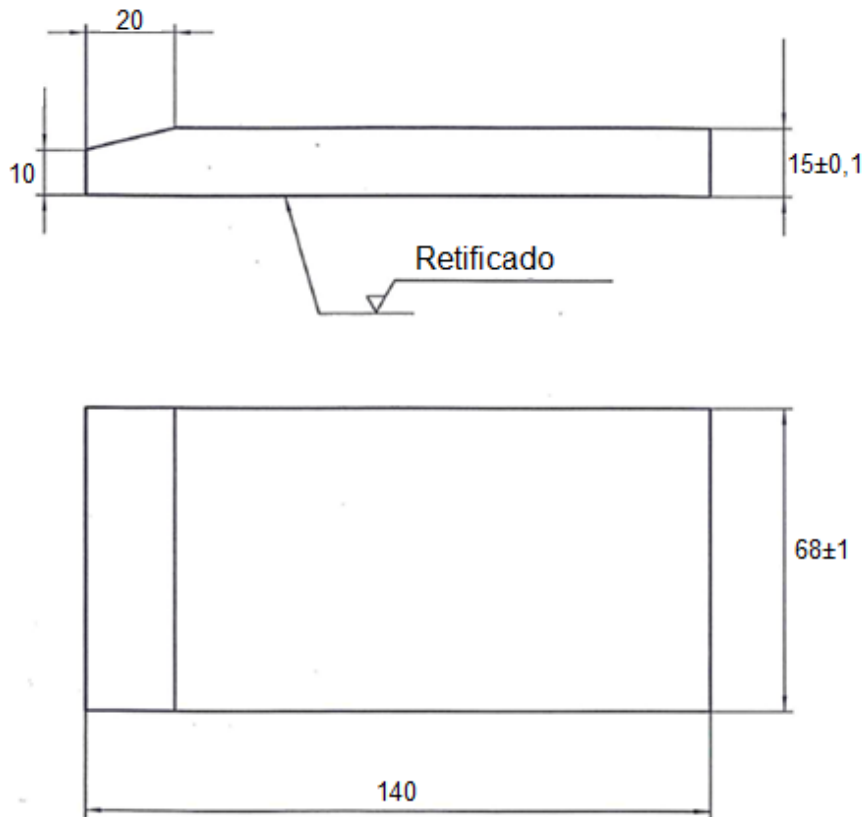


Corte Transversal

## Introdução



Virgem



Desenho

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Introdução

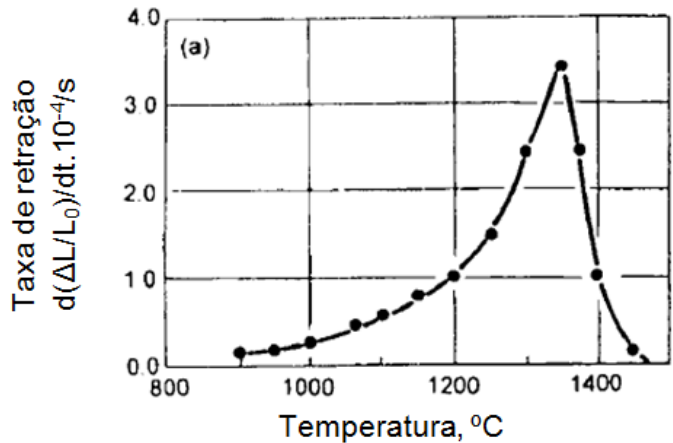
Pureza da alumina:	>99,5 % peso
Densidade:	> 3,4 g/cm <sup>3</sup>
Porosidade aberta:	≤ 5% Vol.
Tamanho médio da partícula:	40 μm
Limite de resistência por flexão:	150 MPa (DIN EN 843-1)
Resistência à compressão por flexão:	1000 MPa
Temperatura máxima de uso no ar:	1950°C
Coefficiente de expansão térmica linear:	8,2 x10 <sup>-6</sup> /°C (20 – 1000°C)
Coefficiente de condutividade térmica:	20°C 27,8 W/(m.K) 1000°C 5,5 W/(m.K) 1500°C 4,5 W/(m.K)

ESPECIFICAÇÃO DA PLACA COMERCIAL

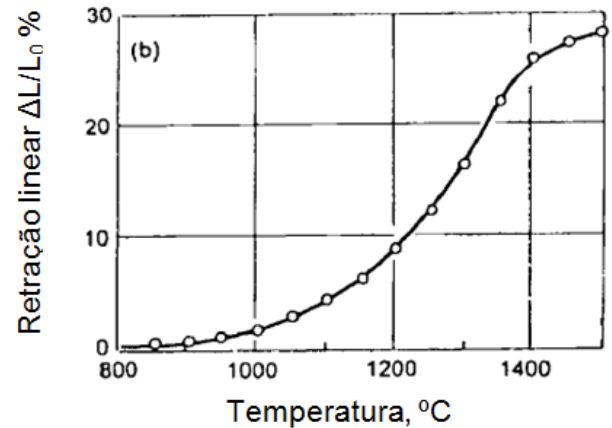


# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

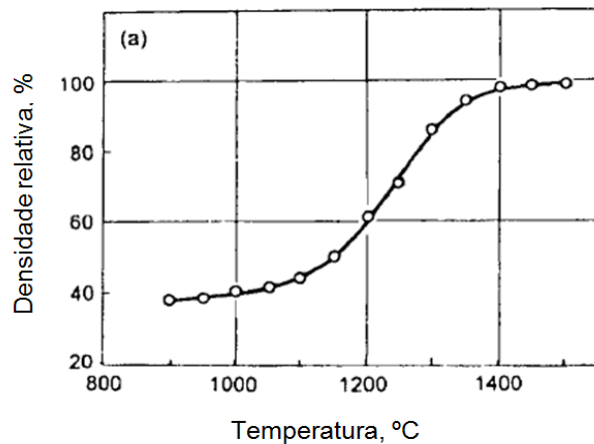
## Revisão Bibliográfica



(a)



(b)



(c)

Li, J.G. et al., [2]

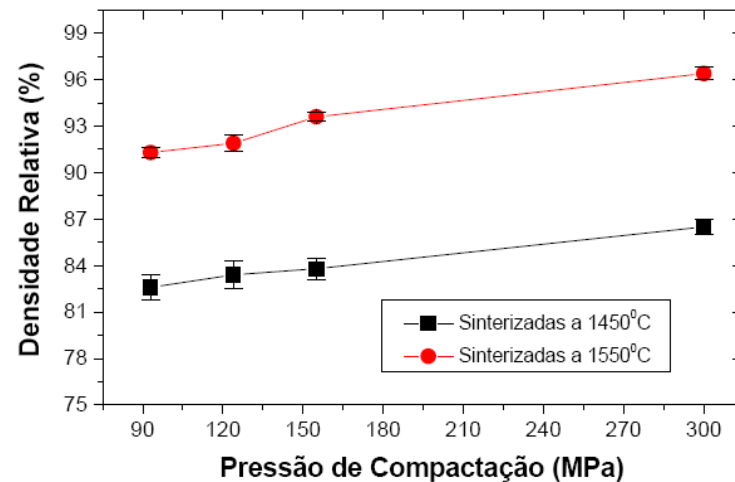
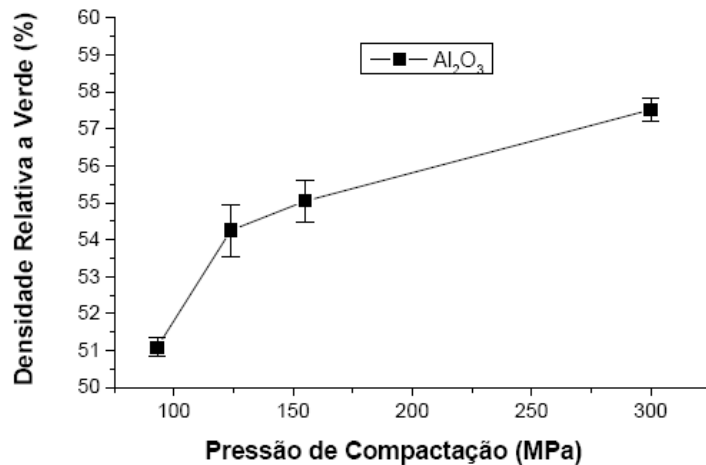
Taxa de retração linear (a) e retração linear (b) em função da temperatura

Densidade relativa em função da temperatura de sinterização (c)

## Revisão Bibliográfica

Daguano, J. K. M. F. et al., [4]

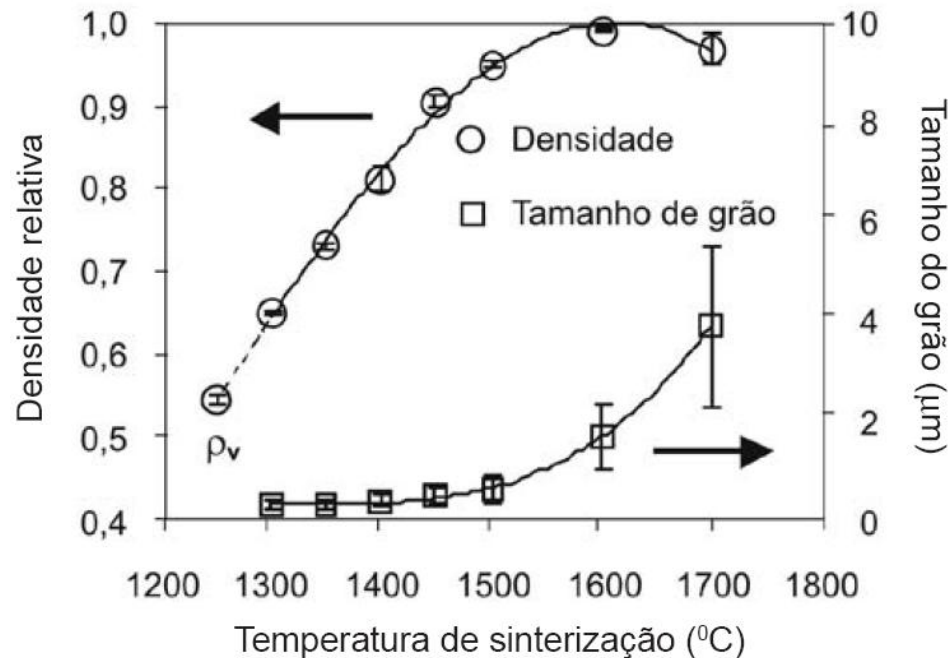
Pó de alumina com tamanho médio de partículas de  $0,4 \mu\text{m}$



## Revisão Bibliográfica

Yoshimura, H. N. et al., [6]

Pó de alumina dopado com MgO com tamanho médio de partículas de  $0,32 \mu\text{m}$

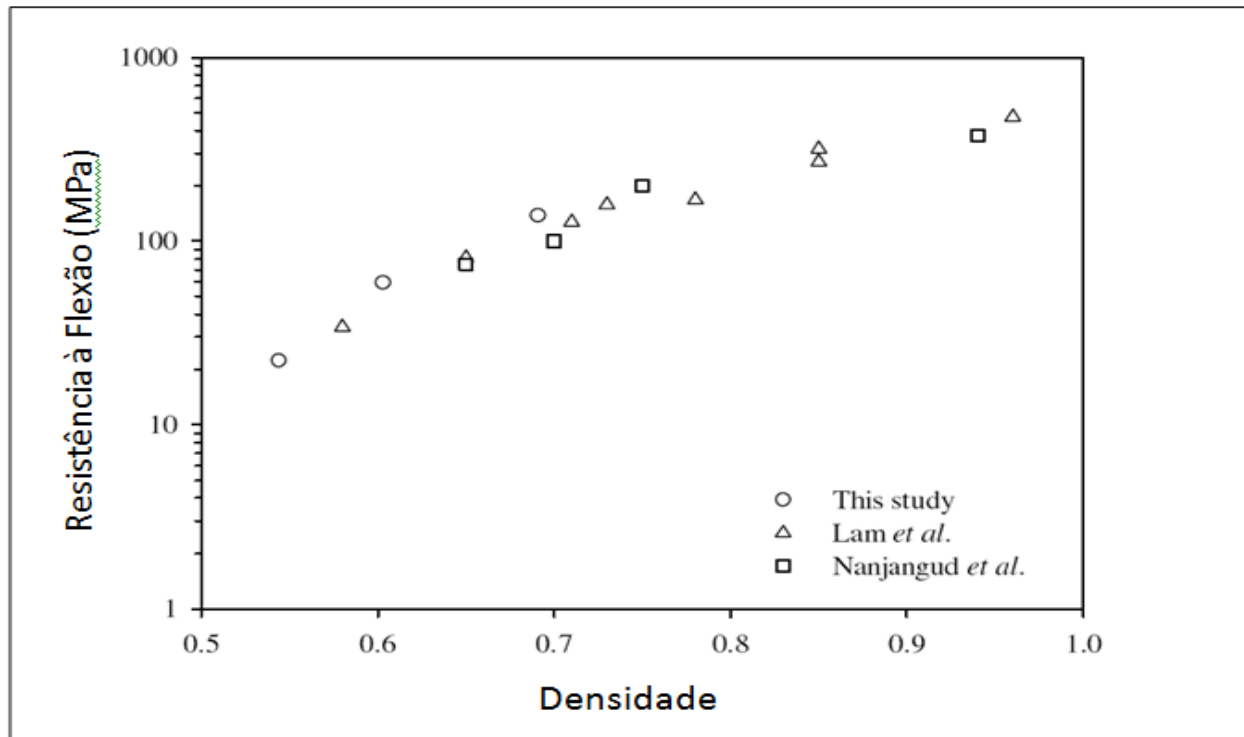


Densidade relativa e tamanho de grão de amostras sinterizadas entre  $1300^{\circ}\text{C}$  e  $1700^{\circ}\text{C}$

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Revisão Bibliográfica

Hammond, V. et al., [11]  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com tamanho de partícula de 1  $\mu\text{m}$ , pressão de 10,5 MPa, solução com 6% de polietileno glicol / metanol, temperatura de sinterização de 1100, 1250 ou 1400°C, amostras foram retificadas com rebolo diamantado com granulometria de 220  $\mu\text{m}$ .



Resistência à flexão em relação à densidade (300 MPa para densidade relativa de 90%)

## Revisão Bibliográfica

Munro, R.G., [3] Propriedades da  $\alpha-Al_2O_3$  sinterizada com pureza acima de 99,5% e densidade relativa mínima de 98% e tamanho de grão nominal 5  $\mu m$

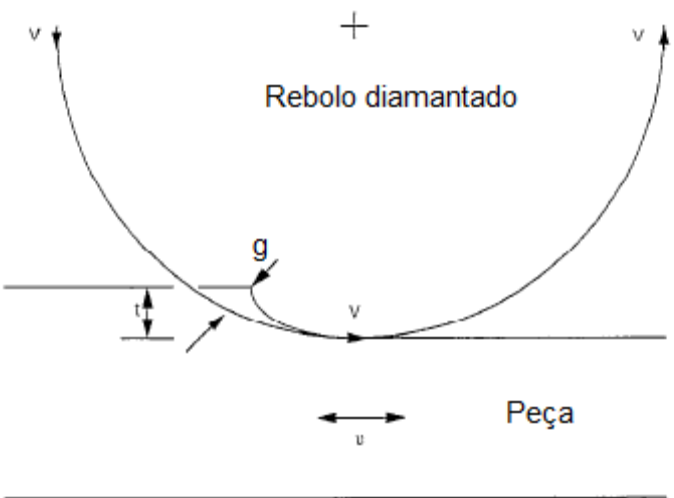
Propriedade	TEMPERATURA (°C)					
	20	500	1000	1200	1400	1500
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,984	3,943	3,891	3,868	3,845	3,834
Dureza Vickers 1 kg (GPa)	15	8,5	4,6	3,7	2,9	2,5
Expansão térmica 0°C (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	4,6	7,1	8,1	8,3	8,5	8,6
Condutividade térmica (WK <sup>-1</sup> m <sup>-1</sup> )	33	11,4	7,2	6,7	6,3	6,2
Resistência característica (MPa)	395	390	360	310	210	125
Módulo de Weibull	11	11	11	11	11	11



# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Revisão Bibliográfica

Tuan, W. H. et al., [12] Efeitos dos parâmetros de retificação sobre a confiabilidade de cerâmicas de alumina. Tamanho médio de  $0,5 \mu m$ , compressão 140 MPa, sinterização a  $1600^\circ C$  por 1 h. Densidade relativa 98,2%, tamanho de grãos  $1,9 \mu m$ .



Profundidade de corte $\mu m / \text{passe}$	Velocidade da mesa m/s	Velocidade do rebolo m/s	Rugosidade $R_a / \mu m$	Resistência média MPa	Módulo de Weibull
0	0,17	27,5	0,68	205	8,2
10	0,17	27,5	0,34	248	10,9
20	0,17	27,5	0,34	255	9,0
30	0,17	27,5	0,36	232	6,9
10	0,27	27,5	0,41	247	8,0
10	0,17	20,0	0,34	246	10,5
10	0,17	33,0	0,31	263	9,8

Diagrama esquemático do processo de retificação

Rugosidade, resistência média e módulo de Weibull com diferentes parâmetros de retificação

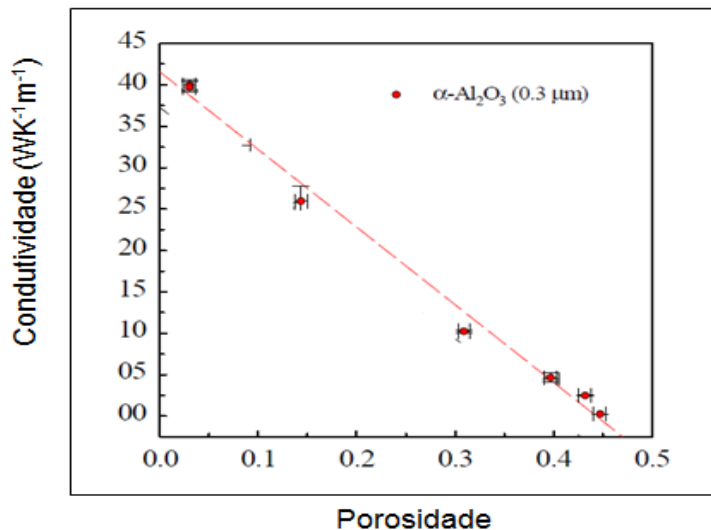
# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Revisão Bibliográfica

### Condutividade Térmica

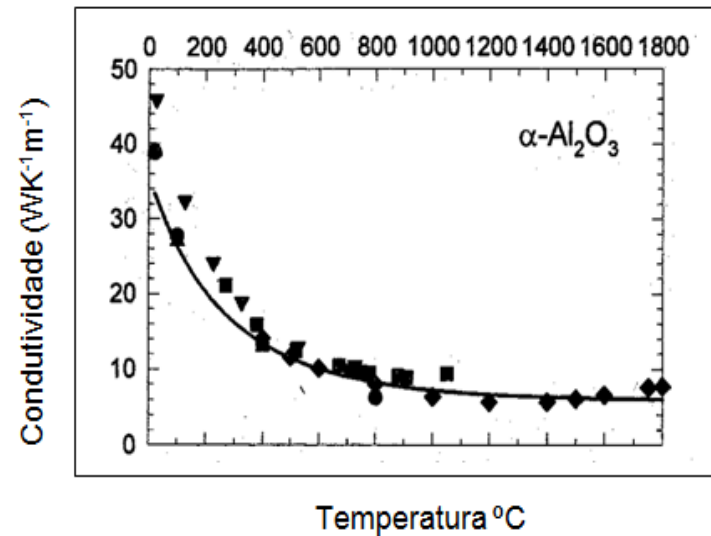
Gonzales, E. J. et al., [14]

Propriedades de transporte térmico de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  de alta pureza (>99,99%) e tamanho médio de partícula de 0,3  $\mu\text{m}$  sinterizada a várias temperaturas



Munro, R.G., [3]

$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  com densidade relativa mínima de 98% e tamanho de grão nominal 5  $\mu\text{m}$



Características microestruturais, como porosidade, contornos de grão, defeitos lineares (discordâncias) e pontuais dispersos reduzem a condutividade térmica, também como as vibrações atômicas cujas amplitudes aumentam com temperatura.

## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### Objetivos

Caracterizar as placas de deslizamento virgens, realizando ensaios das propriedades térmicas, mecânicas e microestruturais, comparando-as com os valores fornecidos pelo fabricante.

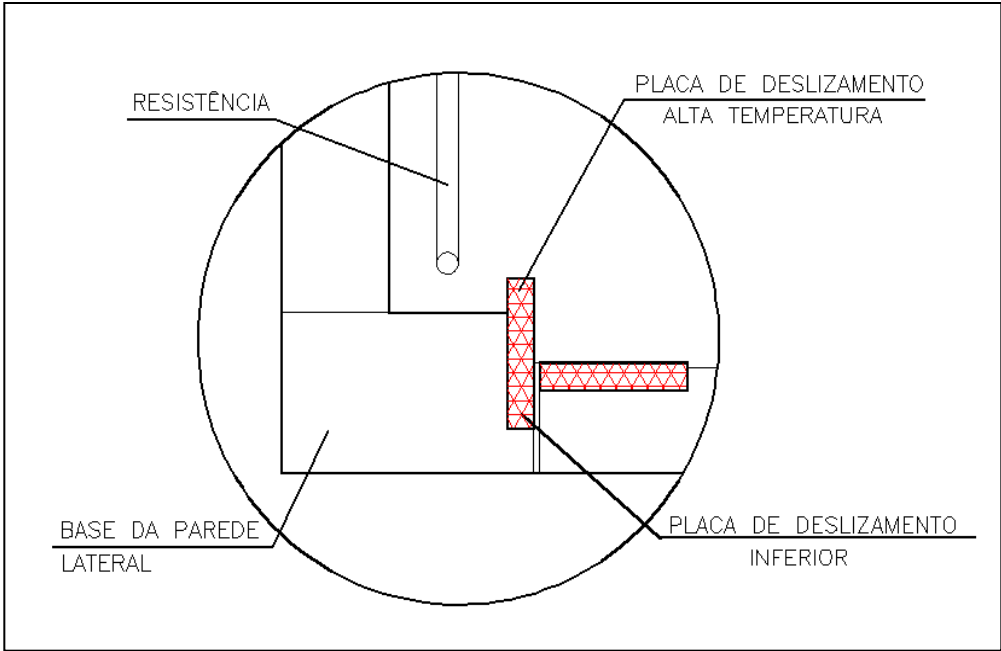
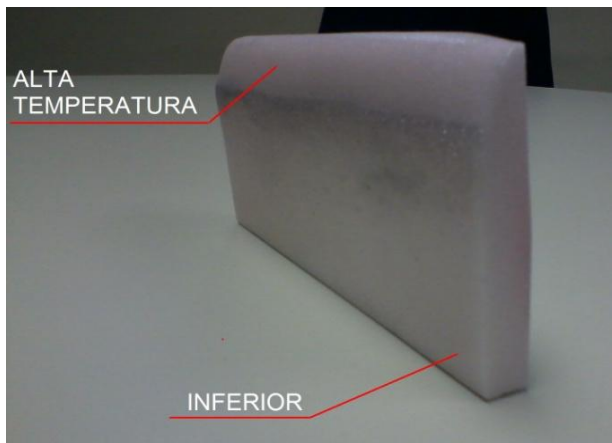
Avaliar as placas de deslizamento envelhecidas ao longo de 24 meses em condições reais de uso, para buscar o entendimento do processo de degradação da  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  consolidada.

Desenvolver peças cerâmicas refratárias, à base de alumina, com as propriedades térmicas e mecânicas e microestruturas adequadas para o emprego em placas de deslizamento.

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Materiais e Métodos

Amostras virgem (3) e envelhecidas (1 e 2)



Posição de trabalho

Placa de deslizamento envelhecida

## Materiais e Métodos

### CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS COMERCIAIS

**Densidade** - Método Arquimedes das amostras virgem, envelhecidas alta temperatura e inferior

**Microdureza** - Método Vickers 1 kgf da amostra virgem

**Coefficiente de Expansão térmica** - Método de dilatométrica de amostras virgem e envelhecida

**Análises microestruturais e microanálises** - Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) e Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) das amostras virgem e envelhecidas

**Difração de Raios-X** - Conteúdo de fases cristalinas nas amostras virgem e envelhecida

**Resistência à Flexão** - Ensaio de flexão de acordo com a norma DIN EN 843-1; dados tratados pelo método de Weibull para determinar o módulo de Weibull da amostra virgem e sua resistência característica.

**Rugosidade Superficial** - Sistema da linha média norma ABNT NBR 6405-1985. Avaliação pela rugosidade média  $R_a$  em  $\mu m$



## 1. Amostras desenvolvidas para Ensaio de Flexão

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS



## Materiais e Métodos

### DESENVOLVIMENTO DE CERÂMICA MONOLÍTICA DE $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Pó de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (CT3000SG) da ALMATIS com tamanho médio de partícula de  $0,4\mu\text{m}$  e pureza de 99,8%

#### Amostras desenvolvidas para verificação da sinterabilidade do pó de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Ferramenta de aço de 15 X 40 mm  
Pressão 70 e 100 MPa Pré-sinterizadas  $1200^\circ\text{C}$

Cortadas com disco diamantado (1PS e 2PS)

#### Amostras desenvolvidas para avaliação dos métodos de preparação do pó e da sua influência na conformação e sinterização

3% em massa de PVA em solução aquosa (água desmineralizada) com 10% de PVA em massa de aditivo. Homogeneização por via úmida do pó de  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  com o ligante, em solução com 60% da massa de óxido em água desmineralizada, seguida de secagem ao ar e desaglomeração em almofariz de vidro e pistilo de alumina e peneiramento  $100\mu\text{m}$

Ferramenta de aço de 15 X 40 mm  
Pressão 70 e 100 MPa Sinterizadas  $1500^\circ\text{C}$  15 min

Pó desaglomerado (2.2 e 2.3)  
Pó desaglomerado e peneirado (2.1 e 2.4)

#### Amostras desenvolvidas para Ensaio de Flexão

Ferramenta de aço de 4,7 X 52,4 mm  
Pressão 100 MPa Sinterizadas  $1500^\circ\text{C}$  15 min

Mesma preparação anterior  
Pó desaglomerado e peneirado  $100\mu\text{m}$

20 barras retangulares 3 x 4 x 45 mm tamanho B da especificação DIN EN 843-1  
Polidas na politriz de forma manual, com disco diamantado de  $45\mu\text{m}$  cantos ligeiramente chanfrados

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## Materiais e Métodos

### Desenvolvimento de Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

#### Amostras para verificação da sinterabilidade do pó de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Densidade pelo método de Arquimedes

Amostras pré-sinterizadas e sinterizadas (1PS e 2PS) e (1S e 2S) respectivamente

Dilatometria até 1500°C

#### Amostras desenvolvidas para avaliação dos métodos de preparação do pó e sua influência na consolidação e sinterização

Densidade método geométrico e Arquimedes

Lixada, polida e ataque térmico a 1450°C por 30 min. para revelação dos contornos de grãos

Microscopia eletrônica de varredura - MEV

Microdureza - método de indentação Vickers -10 impressões na superfície embutida, lixada e polida, carga de 1000 gf

DRX e coeficiente de condutividade térmica

#### Amostras desenvolvidas para Ensaio de Flexão

Densidades das amostras verdes e como sinterizadas foram feitas pelo método geométrico

A amostras de número 12 foi utilizada para confirmação da densidade sinterizada, dividida em duas partes denominadas 12/1 e 12/2, para medição através do método de Arquimedes

Flexão em 4 pontos para determinação da resistência à flexão. Os dados experimentais de tensão de ruptura à flexão foram tratados estatisticamente por meio da Estatística de Weibull. Os parâmetros da distribuição de Weibull resistência característica e módulo de Weibull foram estimados através do método de regressão linear. Foi calculada a tensão na qual a probabilidade de sobrevivência alcance 0,999.

## RESULTADOS

### Resultados das Caracterizações dos Materiais Comerciais

**Densidade das amostras virgem e envelhecidas**

Método Arquimedes

Amostras	Relativa (%)
----------	--------------

Virgem	89,0
--------	------

Alta T	89,8
--------	------

Inferior	88,8
----------	------

Densidade pelo método geométrico da placa de deslizamento virgem  
 $3,46 \text{ g/cm}^3$   
86,8% de densidade relativa

**Ensaio de Microdureza**

Realizadas 10 impressões Vickers

Amostra virgem  
Valor médio e desvio padrão  
 $12,9 \pm 1,2 \text{ GPa}$

Não foi realizado ensaio de microdureza na amostra envelhecida, devido à impossibilidade de leitura da indentação

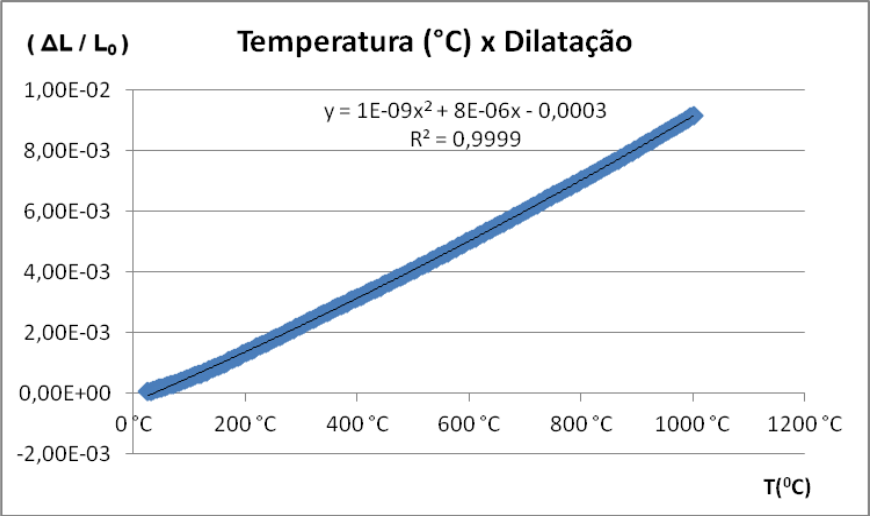
Bennett, H. E., [20] - pequenas quantidades de  $\text{SiO}_2$  presentes em refratários de alumina comercialmente pura, da ordem de apenas 0,2% são suficientes para levar a fragilização pela formação de silicetos. A fragilização pode ocorrer através da difusão do silício e formação de silicetos nos contornos de grãos, a partir da redução do  $\text{SiO}_2$  presente em pequenas quantidades na alumina

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

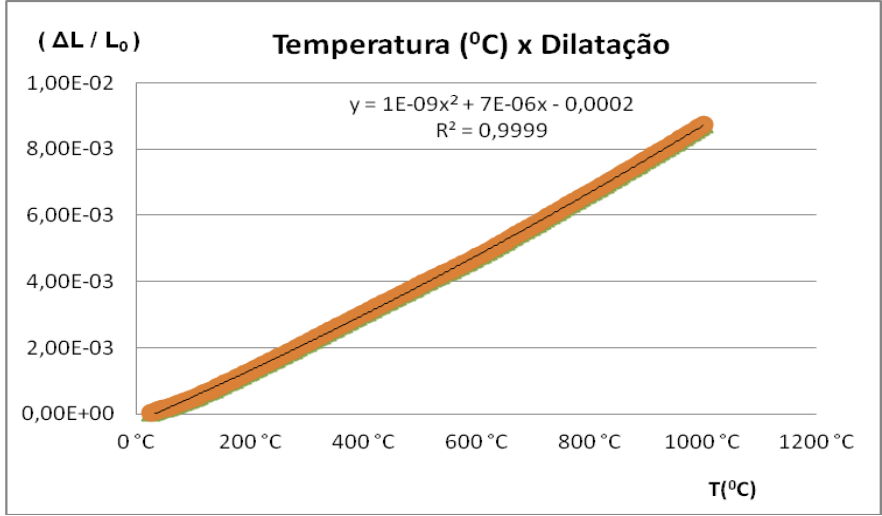
### Resultados das Caracterizações dos Materiais Comerciais

Deformação térmica em relação à temperatura da amostra virgem



100°C	$8,2 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$
500°C	$9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$
1000°C	$10,0 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$

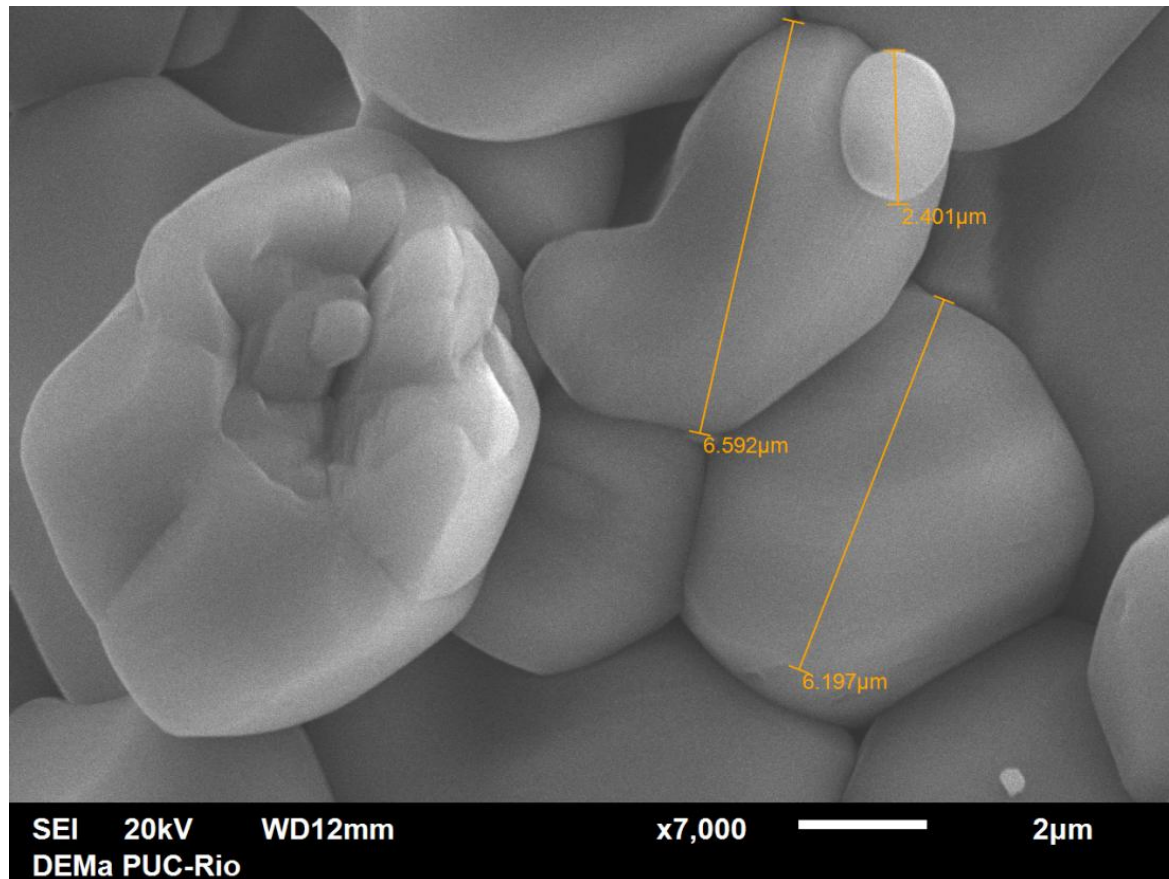
Deformação térmica em relação à temperatura da amostra envelhecida



100°C	$7,2 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$
500°C	$8,0 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$
1000°C	$9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^{\circ}C^{-1}$

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

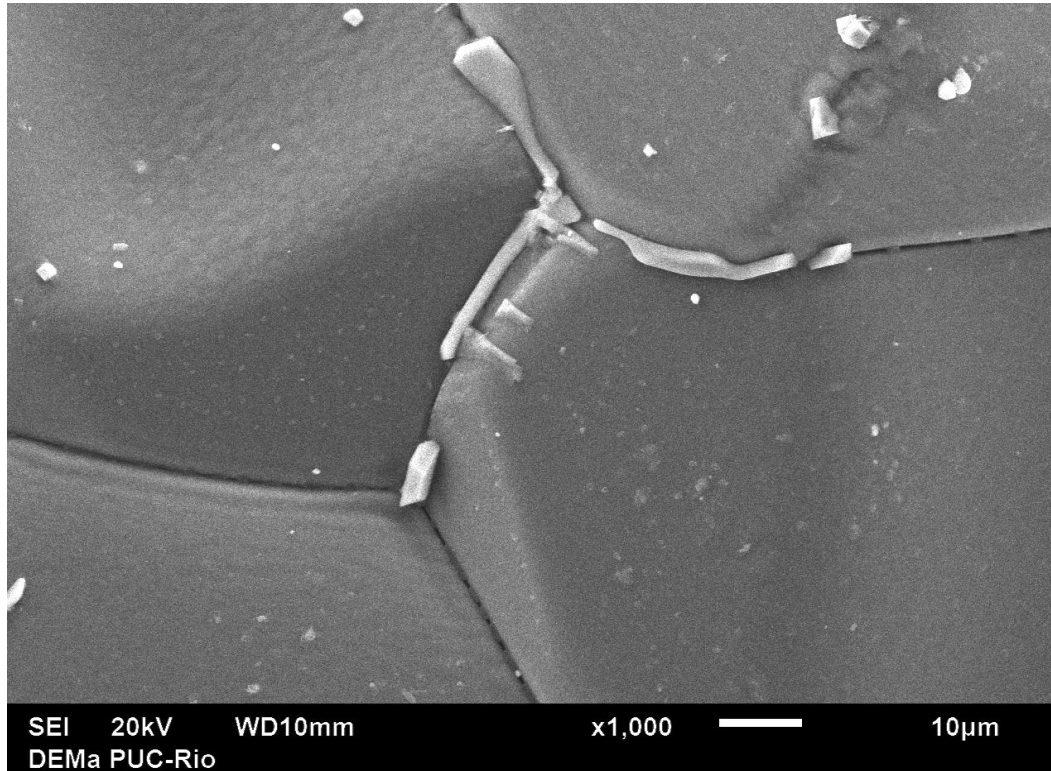


Micrografia da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  virgem  
Amostras com ataque térmico para revelação da microestrutura  
Tamanhos de Grãos até 10  $\mu\text{m}$



# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

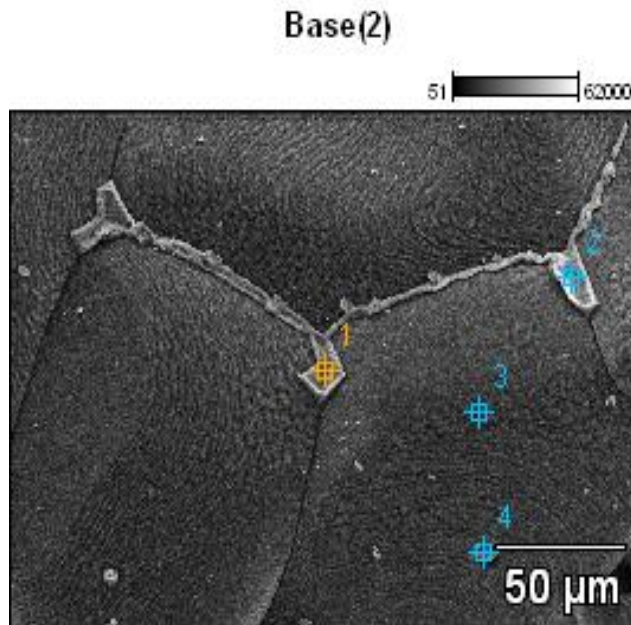
## RESULTADOS



Micrografia da amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  envelhecida inferior  
Precipitados nos contornos de grão

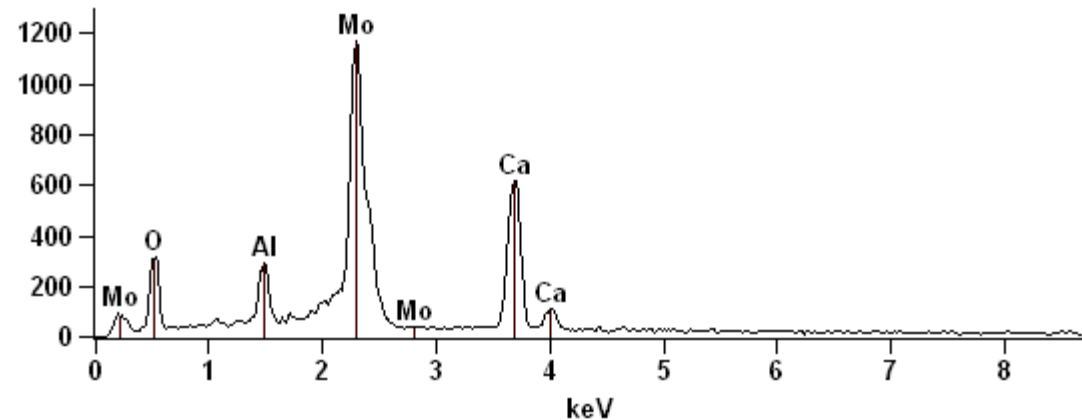
# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS



Full scale counts: 1167

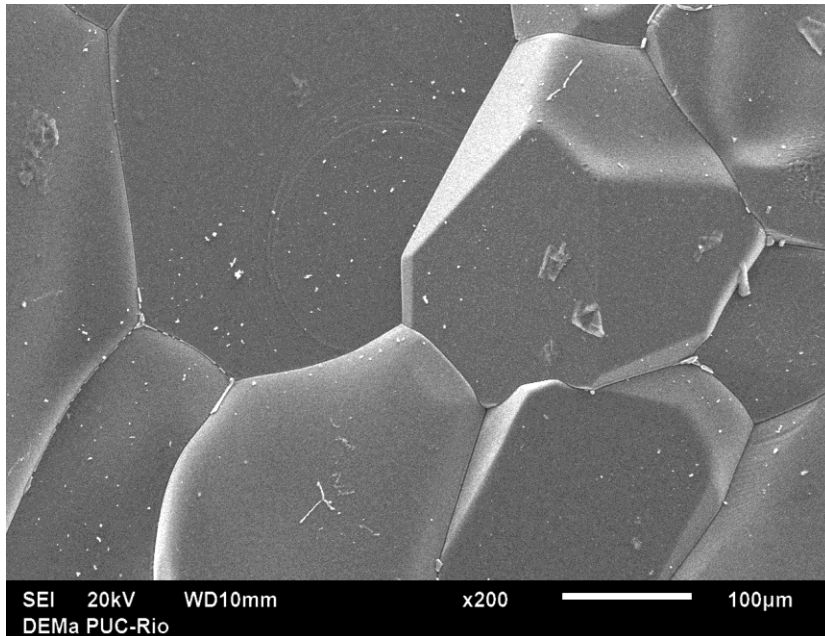
Base(2)\_pt2



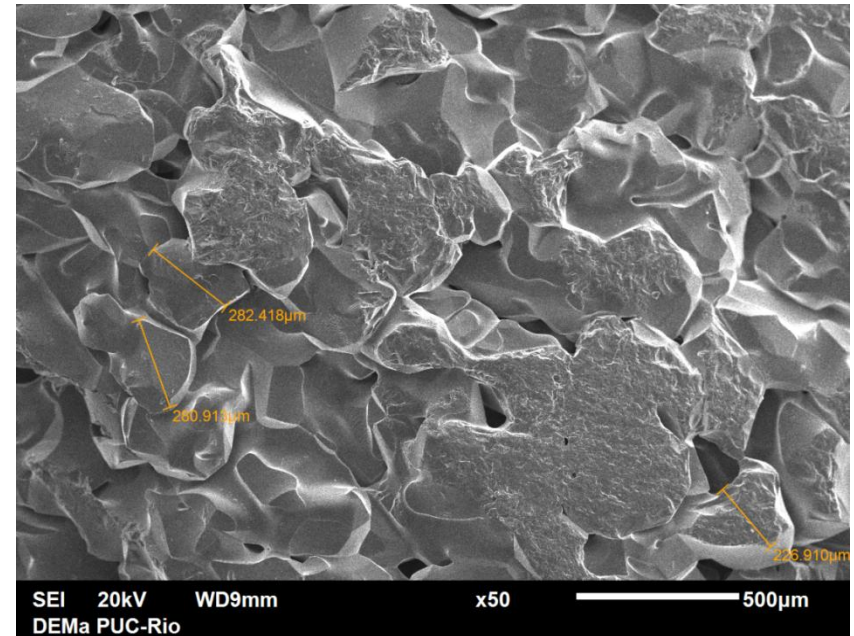
Amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  envelhecida inferior  
Análise por espectroscopia por dispersão de energia (EDS)  
Molibdênio e cálcio precipitados nos contornos de grãos

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS



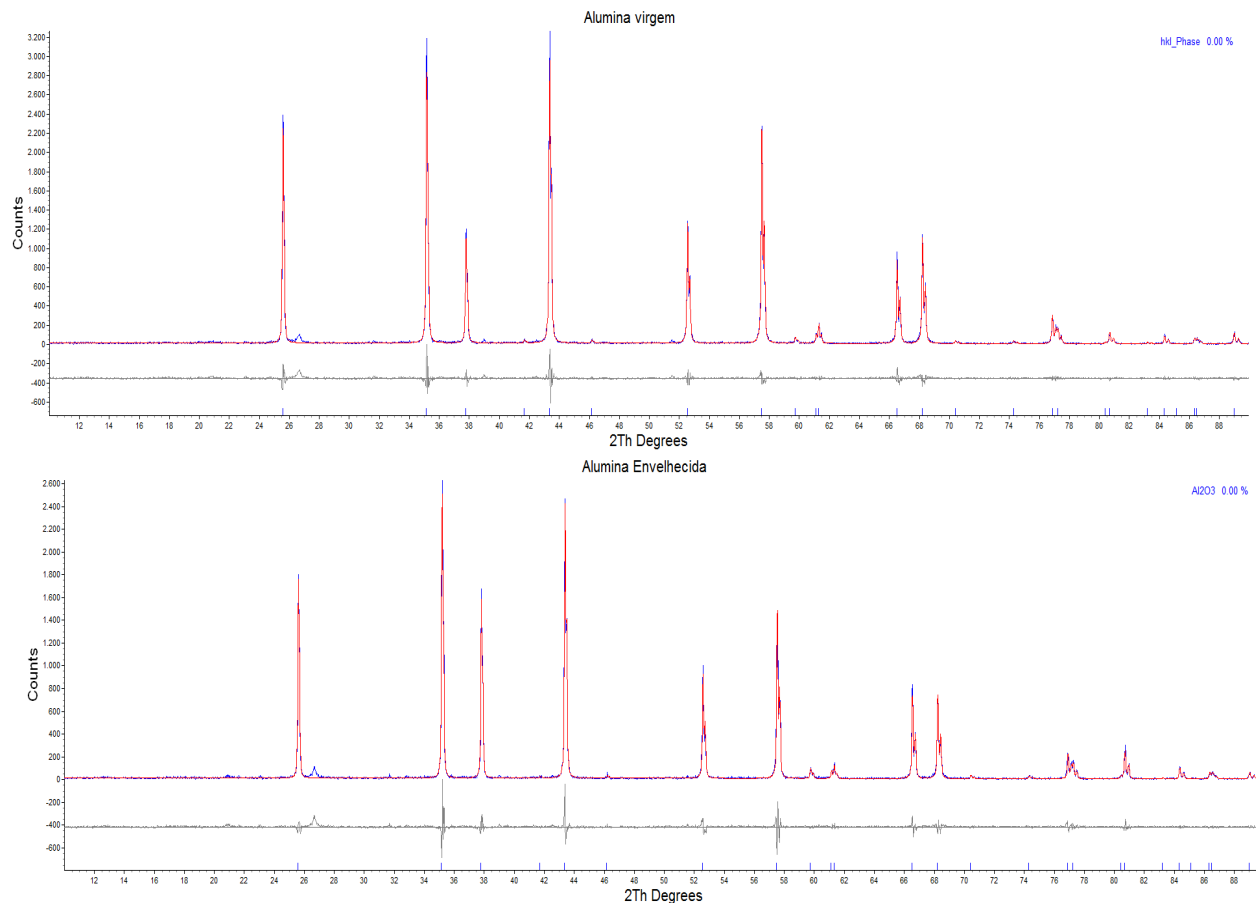
Micrografia da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  envelhecida inferior  
Tamanho de grão acima de  $100\mu\text{m}$



Micrografia da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  envelhecida alta  
temperatura  
Tamanho de grãos até  $300\mu\text{m}$

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS



Difratogramas da  $\text{Al}_2\text{O}_3$  virgem e envelhecida

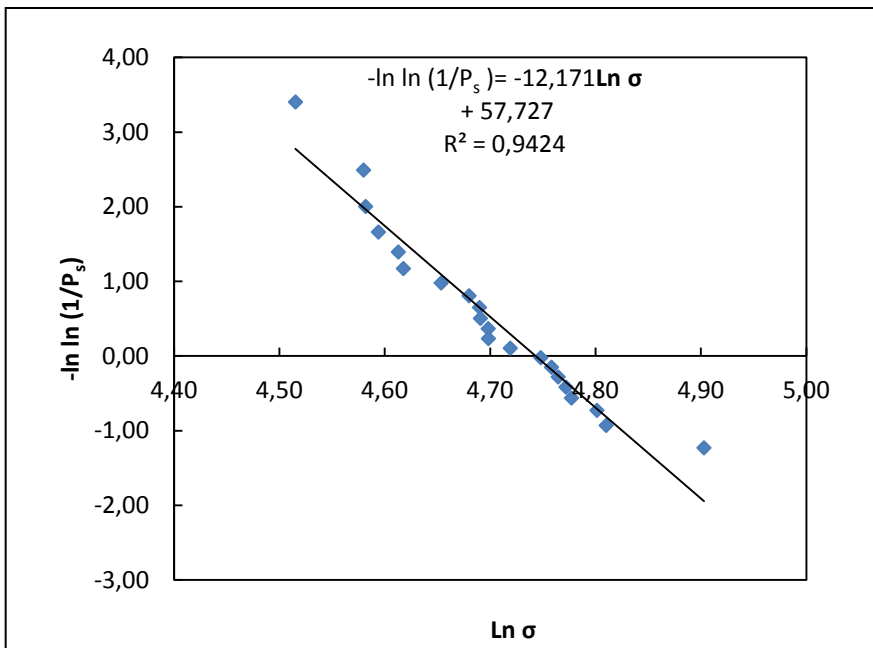
Monofásicos e tamanho médios de cristaltos de 184,4 nm e 252,4 nm

Exceto linha de difração a  $26,65^\circ$  ( $2\theta$ ) - fase ortorrômbica  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$  (Powder Diffraction File: 01-088-0891)

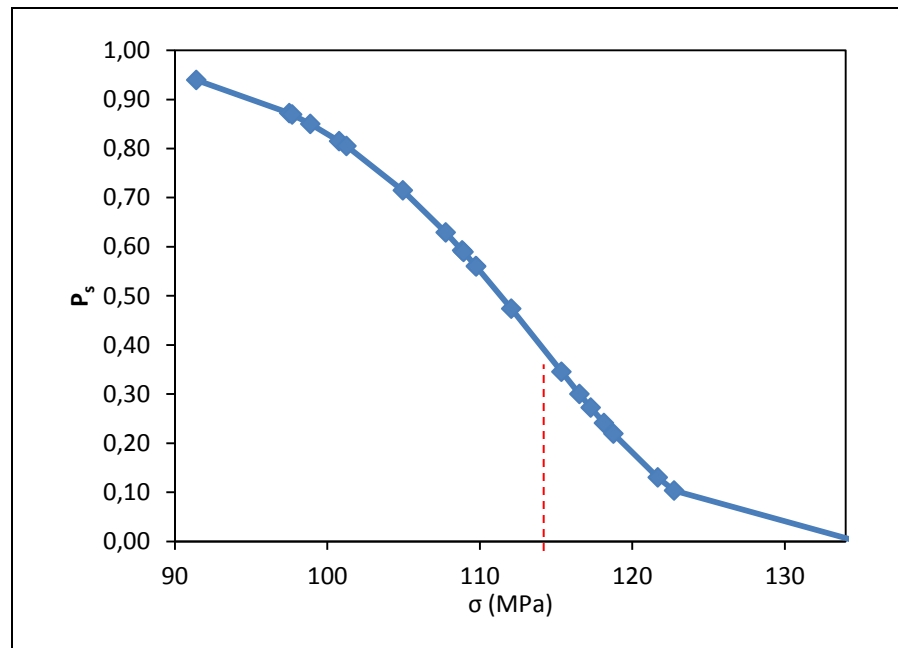
# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

Resultado da aplicação do método de Weibull aos dados das tensões dos ensaios de flexão em quatro pontos das 21 amostras do material comercial virgem



Módulo de Weibull - coeficiente angular da reta -  $m = 12,2$



Probabilidade de sobrevivência versus tensão de ruptura  
 Valor da resistência característica de 114,7 MPa

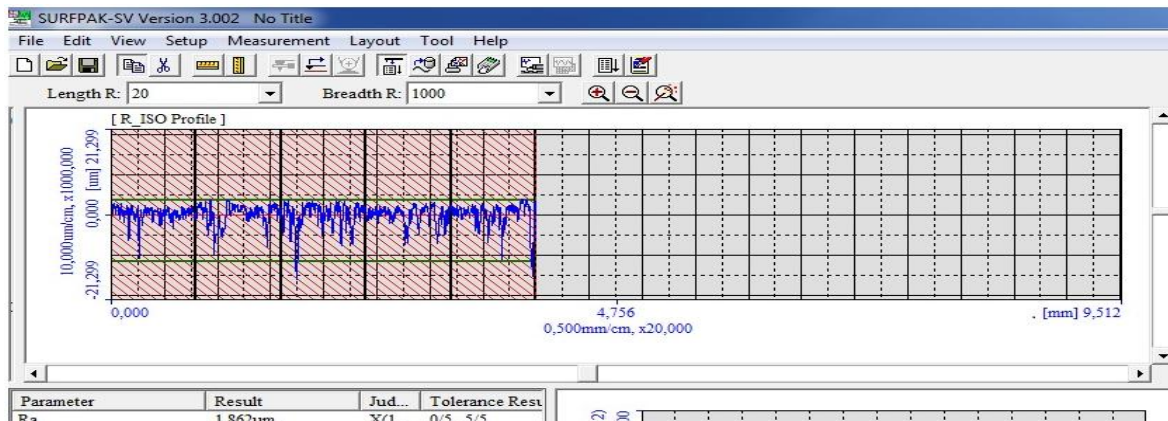
Resistência média e desvio padrão foram de  $110,22 \pm 10,1$  MPa e tensão média de resistência 117,9 MPa

Probabilidade de sobrevivência de 0,999 - Tensão de 65 MPa

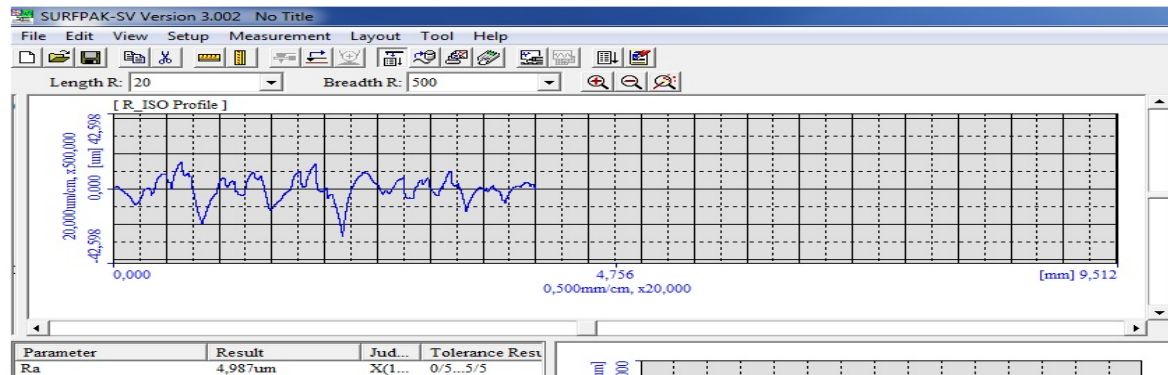


## RESULTADOS

### Resultados das Caracterizações dos Materiais Comerciais



Rugosidade amostra virgem



Rugosidade amostra envelhecida

Resultados da rugosidade da amostra virgem ficaram próximos de  $R_a = 2,000 \mu m$  no sentido longitudinal e  $R_a = 2,400 \mu m$  no sentido transversal, evidenciando o sentido longitudinal de retificação das placas, e da amostra envelhecida próximo de  $R_a = 5,000 \mu m$

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

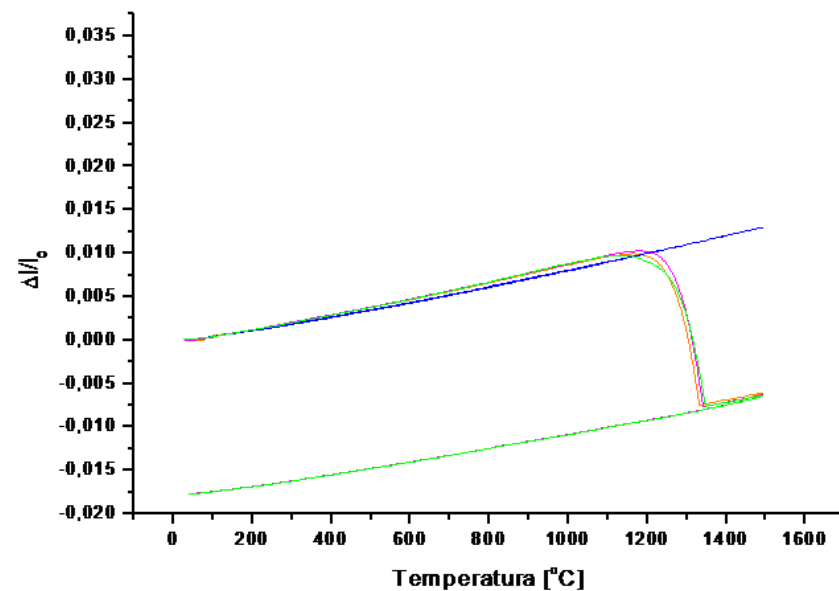
## RESULTADOS

### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

#### Amostras para verificação da sinterabilidade do pó de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$

Amostra	Pressão (MPa)	Temperatura (°C)	Densidade relativa (%)	
			Verde	Pré-sinterizada
1PS	70	1200	57,0	62,0
2PS	100	1200	59,0	65,2

Amostra	Temperatura (°C)	Patamar (min.)	Densidade relativa (%)
			Sinterizada
1S	1500	-	87,8
2S	1500	-	91,8



Durante o aquecimento até 1200°C (temperatura de pré-sinterização) no ensaio de dilatométrica a dilatação térmica acompanhou os valores típicos de alfa alumina. O valor do coeficiente de expansão térmica na faixa entre 25°C e 1200°C foi de  $9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$

A partir desta temperatura até valor de 1350°C, onde o processo de contração é encerrado, houve densificação do material, que em seguida voltou a dilatar com o mesmo coeficiente de expansão térmica de  $9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  até o final do ensaio a 1500°C.



# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

#### Avaliação dos métodos de preparação do pó e sua influência na consolidação e sinterização



Amostra	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$	Pressão (MPa)	Densidade relativa verde (%)	Densidade relativa sinterizada (%)	
				Geométrico	Arquimedes
2.1	Peneirado	70	57,9	83,5	87,5
2.2	Não peneirado	70	57,0	81,0	85,0
2.3	Não peneirado	100	59,4	84,5	89,0
2.4	Peneirado	100	59,4	86,5	91,0

Amostra 2.4 - pó com aglomerados de no máximo  $100\mu\text{m}$  - prensada com 100 MPa - 91% de densidade relativa

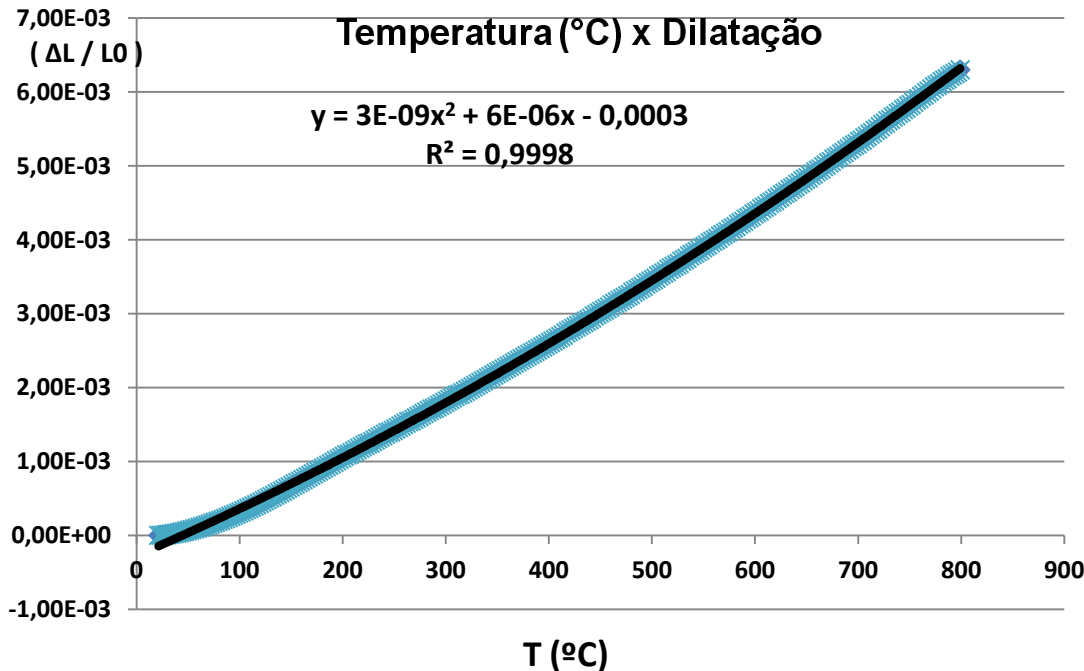
Esta amostra foi a selecionada para a avaliação microestrutural, deformação térmica, condutividade térmica, DRX e dureza, devido a uma integridade mecânica superior em comparação com as outras amostras.

## RESULTADOS

### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

#### Avaliação da preparação do pó e influência na consolidação e sinterização

##### Ensaio de dilatométrica da amostra 2.4



Coeficiente de expansão térmica na faixa entre 25°C e 800°C, ajustado pela função polinomial do segundo grau de  $9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$  a 500°C

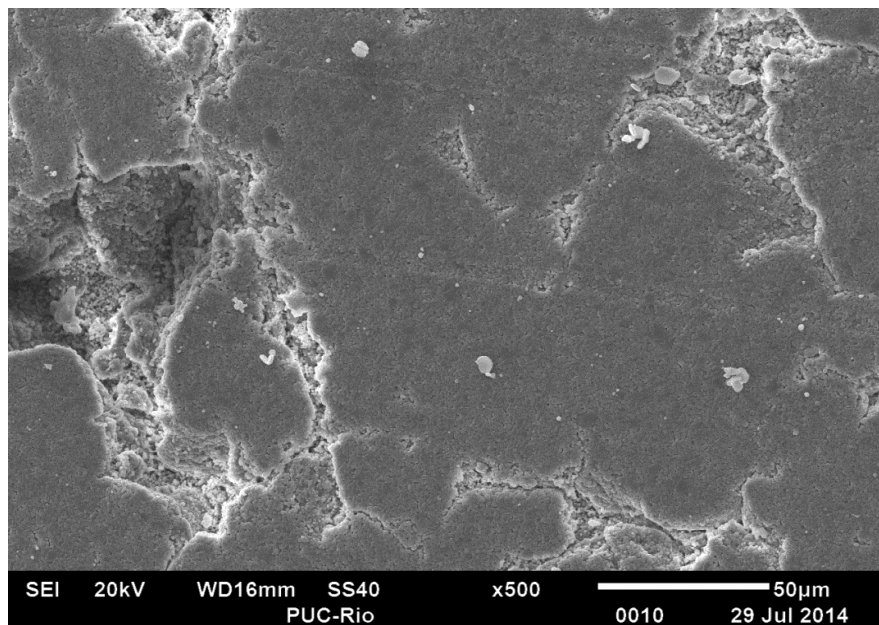
# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

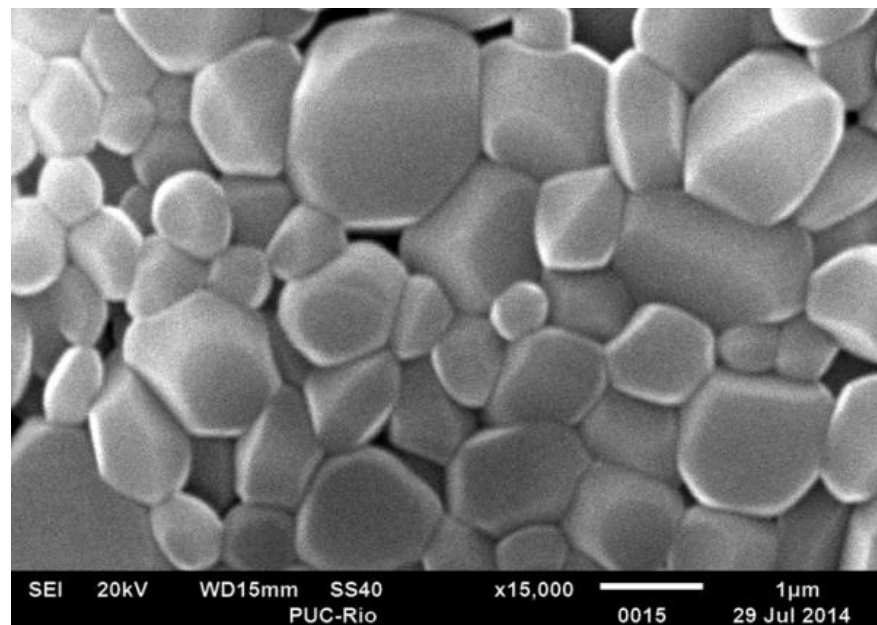
### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

Avaliação da preparação do pó e influência na consolidação e sinterização

Microestrutura da amostra 2.4



Poros inter-aglomerados



Poros inter-granulares  
Tamanhos de grãos entre 1 e 2 µm

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $\text{Al}_2\text{O}_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## RESULTADOS

### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

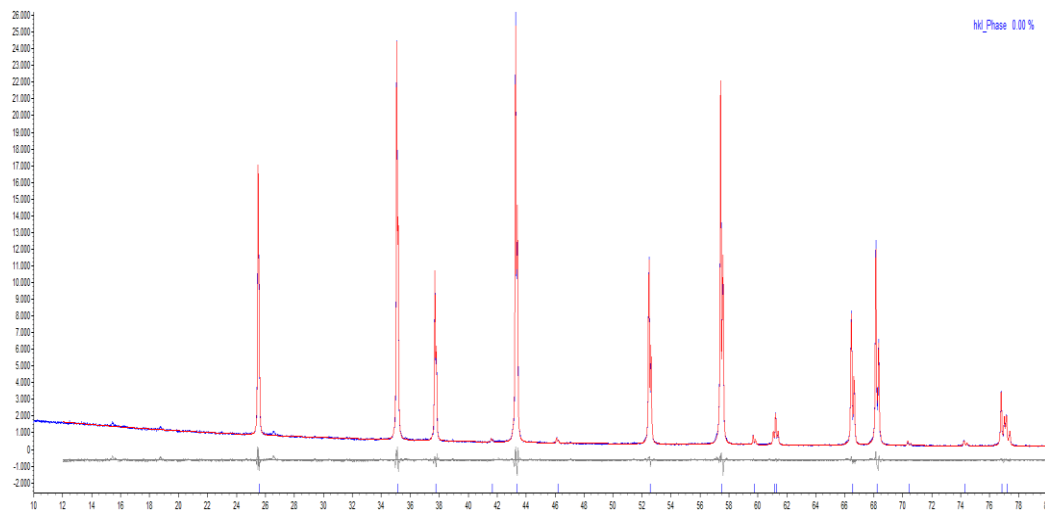
#### Avaliação da preparação do pó e influência na consolidação e sinterização

Microdureza Vickers da amostra 2.4

Valores entre 12,4 e 15,8 GPa  
Valor médio e desvio padrão de  $14,4 \pm 0,3$  GPa

Difratograma da amostra 2.4

Monofásicos e tamanho médios de cristalitos de 184,4 nm e 252,4 nm  
Exceto linha de difração a  $26,65^\circ$  ( $2\theta$ ) fase ortorrômbica  $\text{Al}_2\text{SiO}_5$   
(Powder Diffraction File: 01-088-0891)

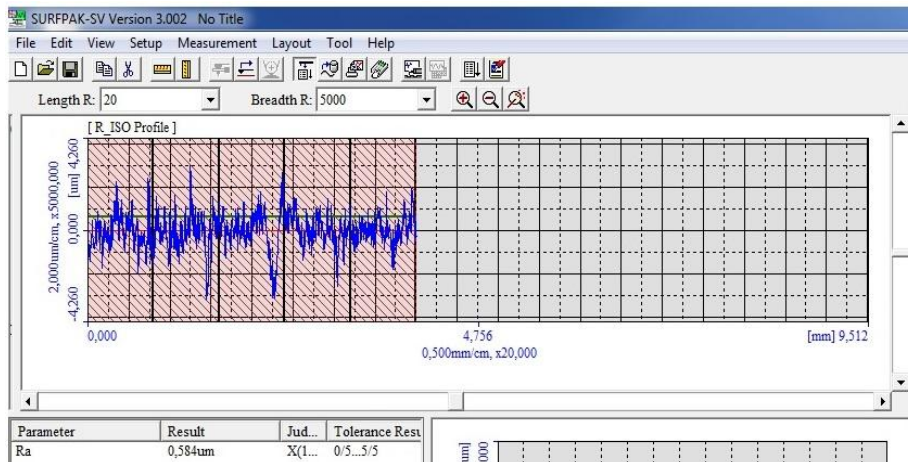


## RESULTADOS

### Cerâmica Monolítica de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ Desenvolvida

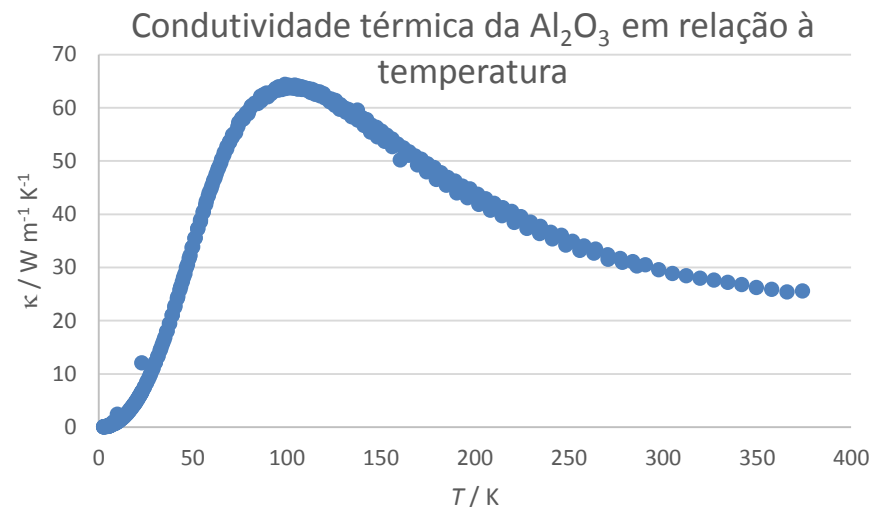
#### Avaliação da preparação do pó e influência na consolidação e sinterização

##### Rugosidade da amostra 2.4 como sinterizada



Rugosidade superficial do compacto desenvolvido, no estado como sinterizado, ficou próximo de  $R_a = 0,60 \mu\text{m}$

##### Condutividade térmica da amostra 2.4



Condutividade térmica a temperatura de 298 K (24,85°C)  $29,6 \text{ WK}^{-1}\text{m}^{-1}$



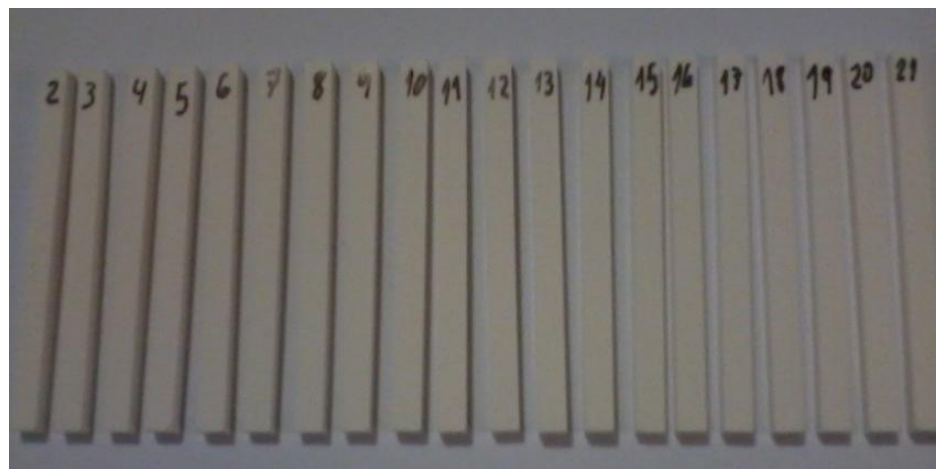
## RESULTADOS

### Amostras desenvolvidas para ensaios de flexão

As densidades verde e sinterizada das 20 amostras desenvolvidas para ensaios de flexão foram calculadas pelo método geométrico, com os valores das massas (g), e dimensões dos corpos de prova, espessura (h), largura (b) e comprimento (L).

#### Média e desvio padrão das densidades

Verde	$2,29 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ $57,4\% \pm 0,5\%$
Sinterizada	$3,66 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$ $91,8\% \pm 0,75\%$



Densidade método Arquimedes		
amostras	12/1	94,6%
	12/2	92,8%

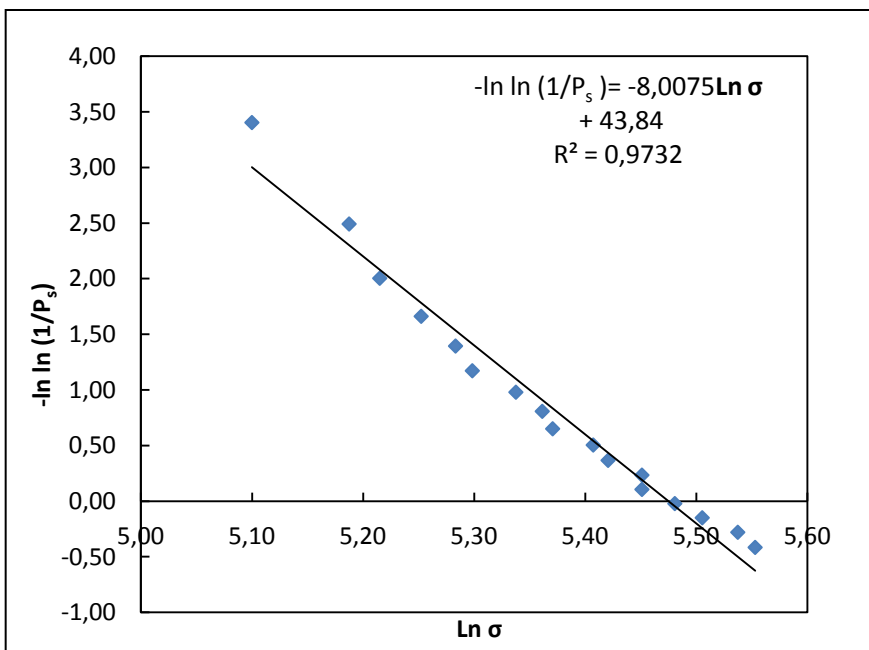
#### Microdureza Vickers da amostra 12/2

Valor médio e desvio padrão  $14,9 \pm 0,6 \text{ GPa}$

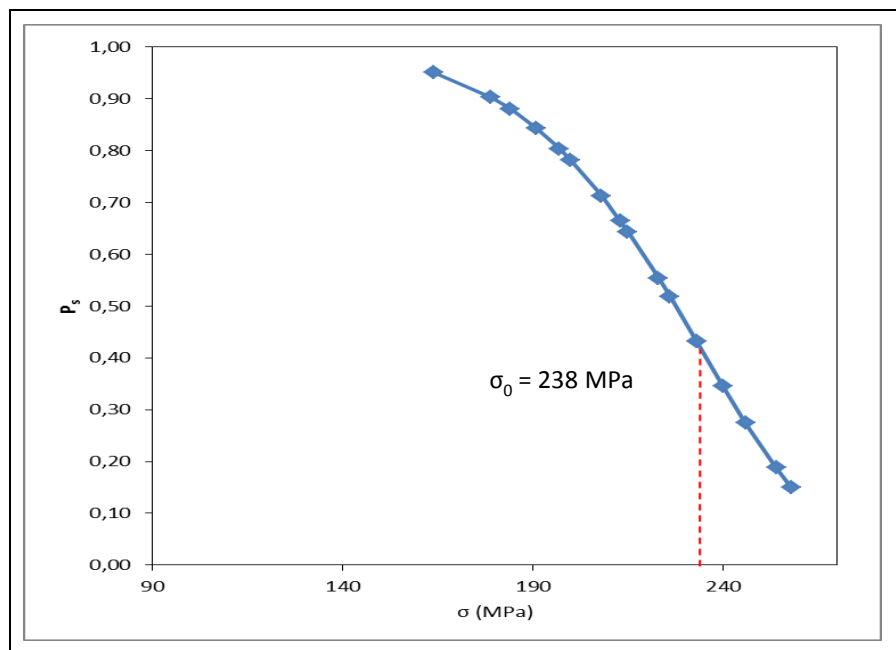
## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### RESULTADOS

Resultado da aplicação do método de Weibull aos dados das tensões dos ensaios de flexão em quatro pontos de 17 amostras desenvolvidas para ensaio de flexão



Módulo de Weibull - coeficiente angular da reta -  $m = 8,0$



Probabilidade de sobrevivência versus tensão de ruptura  
Valor da resistência característica de 238 MPa

Resistência média e desvio padrão foram de  $215,5 \pm 26 \text{ MPa}$  e tensão média de resistência 254,4 MPa

Probabilidade de sobrevivência de 0,999 - Tensão de 100 MPa



## DISCUSSÕES

Densidade especificada pelo fabricante era  $>3,4 \text{ g/cm}^3$ , ou  $>85,3\%$  de densidade relativa. Resultados de densidade das amostras virgem e envelhecidas pelo método Arquimedes ficaram próximos de 89%, portanto dentro da especificação.

O fabricante não especifica dureza dos materiais de  $Al_2O_3$  abaixo de  $3,70 \text{ g/cm}^3$  de densidade, 92,8% de densidade relativa, portanto não há valor de referência. Para comparação, foram feitas identificações para medição da microdureza Vickers (HV 1000 gf) da superfície retificada da amostra virgem, com densidade relativa de 89%, cujo valor médio foi de  $12,9 \pm 1,2 \text{ GPa}$ .

Valores encontrados na bibliografia estudada:

19,8 GPa para porosidade zero	Yoshimura, H. N. et al., [6]
12,5 GPa para 90% de densidade relativa	Auerkari, P. [5]
14,7 GPa para 94% de densidade relativa	Yoshimura, H. N. et al., [6]

Coeficiente de expansão térmica linear - valor especificado é de  $8,2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (20 – 1000 $^\circ\text{C}$ )

Amostra virgem  $8,2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a 100 $^\circ\text{C}$  e  $10,0 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a 1000 $^\circ\text{C}$

Munro, R.G., [3]  $4,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a  $8,6 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  (20 – 1500 $^\circ\text{C}$ )

## DISCUSSÕES

Imagens obtidas do MEV - tamanhos de grãos da amostra virgem menores que  $10\ \mu m$   
Ma, J. et al., [13] - pó de partida de tamanho médio de partículas de  $0,4\ \mu m$  sinterizado a  $1500^\circ C$  -  
densidade das amostras entre 90 e 95% - tamanhos de grãos de 1 a  $2\ \mu m$

Especificação do fabricante - limite de resistência por flexão de 150 MPa - DIN EN 843-1  
Tensões dos ensaios de flexão em quatro pontos - 21 amostras do material comercial virgem  
Resistência característica 114,7 MPa e Módulo de Weibull 12,2  
Alto valor de  $m$  indica baixa dispersão dos valores de resistência e distribuição homogênea dos  
defeitos

Munro, R.G., [3] alumina sinterizada com densidade relativa  $\geq 98\%$   
Resistência característica 395 MPa e módulo de Weibull 11

Tuan, W. H. et al., [12] efeitos dos parâmetros de retificação de alumina - tamanho médio de  
partícula  $0,5\ \mu m$  pressão de 140 MPa e sinterização a  $1600^\circ C$  durante 1 h  
Resistência a flexão foi determinada pelo ensaio de flexão de 4 pontos  
Resistência média e 205 MPa e módulo de Weibull 8,2 - amostra como sinterizada  
Amostras retificadas - profundidades de corte de 10, 20 e  $30\ \mu m$  por passe  
Resistência média 248, 255 e 232 MPa e módulo de Weibull 10,9, 9,0 e 6,9  
Aumento da profundidade de corte – decresce média de resistência e módulo de Weibull, e  
aumenta rugosidade superficial

## **DISCUSSÕES**

### **Avaliação dos processos de envelhecimento**

Densidade, dilatação térmica, imagens de MEV, EDS, DRX e rugosidade das amostras envelhecidas

Densidade - a variação de densidades entre as amostras virgem e envelhecidas são pequenas

Não foi possível medir a dureza da amostra envelhecida, pela impossibilidade de leitura da indentação

Dilatação térmica - menor em relação à amostra virgem  $7,2 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a  $100^\circ\text{C}$  e  $9,0 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$  a  $1000^\circ\text{C}$

MEV - identificação do tamanho de grãos das amostras envelhecidas  
Envelhecida inferior - tamanhos de acima de  $100\mu\text{m}$   
Envelhecida em alta temperatura - tamanhos de grãos até  $300\mu\text{m}$

Resultados indicam que a parte da placa chamada de alta temperatura sofre degradação mais acentuada

Microanálises químicas por EDS mostraram a existência de molibdênio e cálcio precipitados nos contornos dos grãos da amostra envelhecida inferior  
A origem do molibdênio são as resistências de aquecimento e bandejas das navetas, e o cálcio do giz utilizado na identificação das navetas

## DISCUSSÕES

### Avaliação dos processos de envelhecimento

Carter, C. B. et al., [19]

Propriedades mecânicas dependem fortemente das características da microestrutura

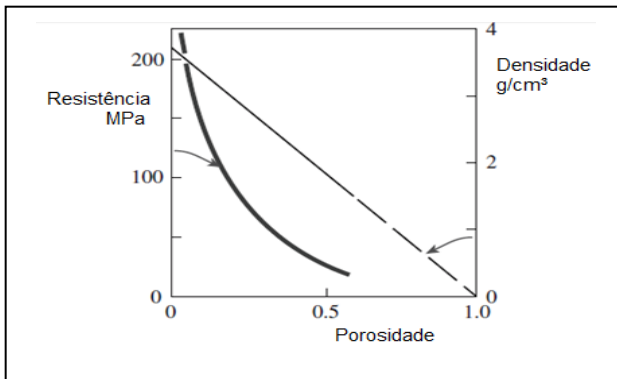
Exemplos específicos que ilustram a influência da microestrutura na resistência das cerâmicas

A redução da resistência da alumina porosa é muito mais rápida que a redução da densidade (a)

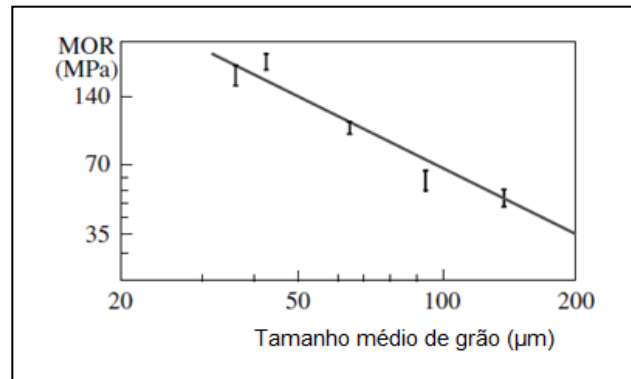
Os poros agem como concentradores e amplificadores de tensões

A resistência das cerâmicas não porosas diminui com o aumento do tamanho de grão, como ilustrado pelo caso do BeO (b)

O comportamento observado é devido a falhas tridimensionais no material que atuam como concentradores de tensão



(a)

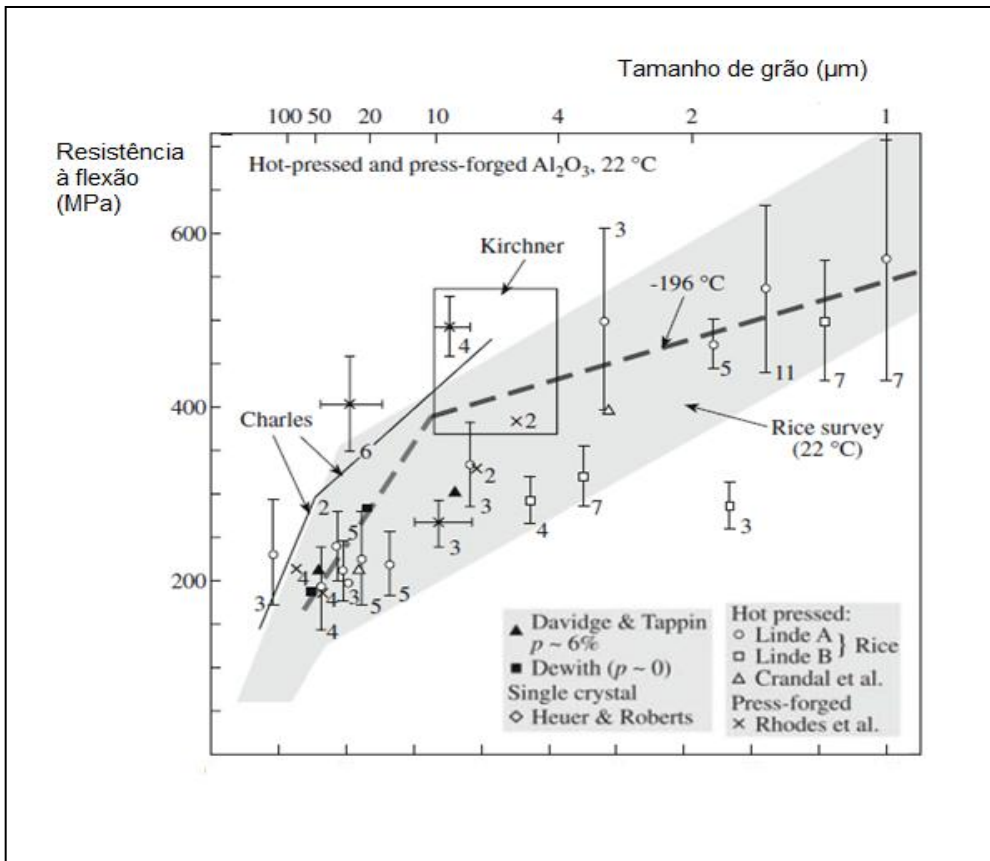


(b)

Resistência da alumina em relação porosidade (a) e resistência em relação ao tamanho de grão do BeO (b)

## DISCUSSÕES

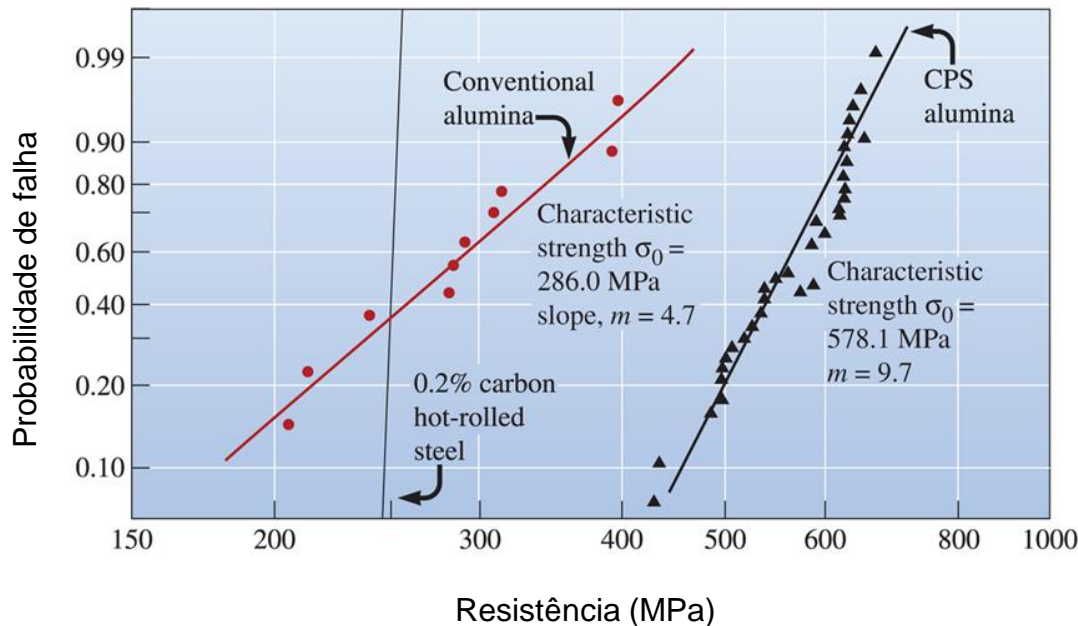
### Avaliação dos processos de envelhecimento



Ainda de acordo com Carter, C. B. et al., [19], ocorre redução da resistência (em dois estágios) com o aumento do tamanho médio de grãos.

# DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

## DISCUSSÕES



Controlled particle size (CPS)  
Tamanho de partícula controlado

Gráfico da probabilidade de que uma amostra irá falhar em uma determinada tensão produz o módulo de Weibull.

Alumina produzida por dois métodos diferentes e comparado com aço baixo carbono.

Boa confiabilidade no projeto é obtido por um elevado módulo de Weibull

## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### DISCUSSÕES

	<b>Catálogo fabricante</b>	<b>Amostra virgem</b>	<b>Amostra envelhecida</b>	<b>Amostra desenvolvida</b>
Componente principal	$Al_2O_3$			
Pureza	>99,5 % peso			
Densidade ( $g/cm^3$ ) e	> 3,4	3,55	3,54	3,66
Densidade relativa (%)	85,3	89,0	88,8	91,9
Porosidade aberta	$\leq 5\%$ Vol.	-	-	-
Tamanho médio da partícula	40 $\mu m$	10 $\mu m$	Até 300 $\mu m$	2 $\mu m$



## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### DISCUSSÕES

	Catálogo fabricante	Amostra virgem	Amostra envelhecida	Amostra desenvolvida
Limite de resistência trativa por flexão (MPa)	150 (DIN EN 843-1)	114,7 Resistência característica	-	238 Resistência característica
Resistência à compressão por flexão	1000 MPa	-	-	-
Temperatura máxima de uso no ar	1950°C	-	-	-
Coeficiente de expansão térmica linear	$8,2 \times 10^{-6}/K$ (20 – 1000°C)	$8,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ (100°C) $10,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ (1000°C)	$7,2 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ (100°C) $9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ (1000°C)	$9,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ C^{-1}$ (500°C)
Coeficiente de condutividade térmica	20°C $27,8 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ 1000°C $5,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ 1500°C $4,5 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$			$T_{amb}$ $29,6 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$

## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### DISCUSSÕES

	Catálogo fabricante	Amostra virgem	Amostra envelhecida	Amostra desenvolvida
Dureza (GPa)	-	$12,9 \pm 1,2$	-	$14,4 \pm 0,3$ (2.4) $14,9 \pm 0,6$ (12/2)
Módulo de Weibull (m)	-	12,2	-	8
Rugosidade	-	$R_a = 2,00\mu m$ $R_a = 2,40\mu m$	$R_a = 5,00\mu m$	$R_a = 0,60\mu m$
Resistência média (MPa)	-	$110,22 \pm 10,1$		$215,5 \pm 26$
Tensão (MPa) $P_s=0,999$	-	65		100

## DISCUSSÕES

Para ilustrar as condições críticas de trabalho das placas, a redução dos valores de propriedades da alumina à temperatura de 1500°C são mostrados, adaptados de Munro, R.G., [3].

Propriedade	20°C	1500°C	Redução
Dureza HV1 (GPa)	15	2,5	83%
Resistência característica (MPa)	395	125	68%
Módulo de Weibull	11	11	-
Resistência compressão (GPa)	3	0,28	90%
Condutividade térmica $W.m^{-1}.k^{-1}$	33	6,23	81%

## DESENVOLVIMENTO DAS PLACAS DE $Al_2O_3$ DO FORNO DE SINTERIZAÇÃO PROPULSOR E A COMPARAÇÃO DAS SUAS PROPRIEDADES TÉRMICAS E MECÂNICAS COM AS DAS PLACAS COMERCIAIS

### CONCLUSÕES

As placas de deslizamento virgens foram caracterizadas - resultados dos ensaios realizados foram comparados com os valores informados no catálogo do fabricante, que ficaram coerentes entre eles e com valores apresentados na literatura.

Os tamanhos de grãos encontrados nas imagens do MEV da amostra virgem foram inferiores ao valor especificado pelo fabricante. Pode ser interpretado que o valor informado seja um valor máximo.

Os resultados de resistência à flexão foram inferiores ao especificado pelo fabricante. O possível motivo para isto foram as falhas superficiais introduzidas durante o processo de corte das amostras para ensaio de flexão a partir de uma placa de deslizamento. O alto valor do módulo de Weibull indica baixa dispersão dos valores de resistência, e conseqüentemente, uma distribuição homogênea dos defeitos tridimensionais (poros, trincas) nas microestruturas.

Análises das amostras envelhecidas mostraram que os processos de degradação ocorrem com a permanência na temperatura de trabalho do forno. As propriedades físicas já ficam consideravelmente reduzidas às temperaturas de 1750°C.

Imagens de MEV mostram grande crescimento dos tamanhos de grãos após trabalho à alta temperatura durante aproximadamente 2 anos, e análises por EDS a existência de Mo e Ca precipitados no contorno dos grãos.

A ausência de grandes solicitações mecânicas pode ser uma justificativa para que a densidade e as propriedades mecânicas não sejam as mais altas possíveis. Outros fatores, a porosidade que reduz a condutividade térmica, e o acabamento superficial, reduzindo a dificuldade de retificação.

## CONCLUSÕES

Resultados de densidade das amostras desenvolvidas com pó com ligante mostram que o peneiramento, limitando o tamanho dos aglomerados em  $100\mu m$  melhora o comportamento da consolidação e sinterização.

Imagens do MEV mostram a presença de defeitos característicos do processo adotado neste trabalho. Os defeitos encontrados na microestrutura da amostra desenvolvida ilustram a importância do controle do tamanho e da distribuição dos poros como indicadores do empacotamento das partículas no compacto verde.

A comparação das propriedades especificadas pelo fabricante com os resultados dos ensaios realizados mostraram que as amostras desenvolvidas ficaram com a microestrutura com tamanho de grãos menores que o informado, com uma eventual vantagem para as peças desenvolvidas posto que um dos principais processos de envelhecimento é o crescimento de grãos.

O processamento do pó de alumina, embora ainda não completamente aperfeiçoado, como a homogeneização da solução aquosa do pó com o aditivo, e os processos de secagem e desaglomeração, produziu resultados bastante aceitáveis. As propriedades térmicas e mecânicas das amostras desenvolvidas ficaram em bom acordo com a especificação e com valores encontrados na literatura.

A utilização da tecnologia de moldagem por prensagem uniaxial para produção de cerâmicas avançadas deve ser considerada com a introdução de otimizações de processo, como a tecnologia de prensagem à vácuo, que permite que peças grandes possam ser prensadas com pós sub-micrométricos com microestrutura homogênea.