

AVALIAÇÃO DE ELEMENTO CERÂMICO EM GRADAÇÃO FUNCIONAL

Luís Gustavo Camargo Martos¹

Giovani Favatti Braschi¹

Marcelo Bertoletto Carneiro^{1,3}

¹Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 13560-250, São Carlos/SP
luis.martos@usp.br; giovani.braschi@usp.br; bertoletto@sc.usp.br

Izabel Fernanda Machado²

²Escola Politécnica, Universidade de São Paulo, 05508-900, São Paulo/SP
machadoi@usp.br

Patrícia Alves Barbosa³

³Universidade Federal do Espírito Santo, Departamento de Engenharia Mecânica, 29075-910, Vitória/ES
patricia.a.barbosa@ufes.br; marcelo.b.carneiro@ufes.br

Wagner de Rossi⁴

⁴Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, Centro de Lasers e Aplicações, 05508-000, São Paulo/SP
wderossi@ipen.br

Resumo. Materiais em gradação funcional (FGM) permitem a obtenção de uma grande variedade de propriedades, pois combinam as características de materiais distintos para a formação de um elemento singular. O objetivo do trabalho consistiu em fabricar e caracterizar estruturas cerâmicas a base de alumina (Al_2O_3) em gradação funcional com metal duro (WC-Co) com ênfase em ferramentas de corte para usinagem. O gradiente foi executado na forma de camadas ao longo da espessura das amostras. Amostras foram sinterizadas pela técnica conhecida por Spark Plasma Sintering (SPS) na temperatura de 1300 e 1350°C. Foram avaliadas a densidade relativa, a microestrutura e a microdureza ao longo da seção transversal das amostras. Para a melhor amostra sinterizada obteve-se valor de densidade relativa de 97,44%, ausência de trincas de origem térmica após a sinterização e variação no perfil de dureza entre a primeira e a última camada de 15,34%, convergindo para o conceito de FGM.

Palavras chave: Material em gradação funcional. Sinterização. Densidade relativa. Microdureza.

1. INTRODUÇÃO

Material em Gradação Funcional (*Functionally Graded Material* – FGM) pode ser considerado como uma nova categoria de material, pois as propriedades obtidas não podem ser conseguidas com materiais homogêneos. O conceito consiste em unir materiais com propriedades distintas, na forma de um gradiente, que pode ser contínuo ou em camadas, possibilitando a fabricação de um elemento (peça) com propriedades não uniformes (Kawasaki; Watanabe, 1997; Mott; Evans, 1999; Yang et al., 2015). Segundo Ma e Tan (2001), o método mais comum de se fabricar um FGM é pelo processo de metalurgia do pó (PM), pois permite controlar composição, microestrutura e o formato da peça. A técnica de sinterização *Spark Plasma Sintering* (SPS), tem sido citada na literatura (Orrù et al., 2009; Watanabe e Sato, 2011) como um meio eficaz de se obter estruturas em FGM.

As principais características geradas pelas propriedades físico-químicas dos materiais cerâmicos, em especial a base de alumina (Al_2O_3), são a elevada dureza, resistência ao desgaste e inércia química à elevadas temperaturas, sendo considerada um potencial material para ser usado como ferramentas de corte. Todavia, a sua baixa tenacidade, e consequentemente, resistência à fratura limitam a sua aplicação (Komanduri; Samanta; 1989; Trent; Wright, 2000; Machado et al., 2015). O metal duro (WC-Co), por sua vez, é um grupo de material de ferramenta de corte reconhecido por possuir uma combinação única de dureza, tenacidade e resistência, devido aos seus constituintes, sendo que o cobalto, ligante metálico é dúctil e lhe confere tenacidade (Upadhyaya, 2000; Shi et al., 2005).

De modo geral, as ferramentas de corte precisam ser duras para resistir ao desgaste e tenazes para suportar os esforços de corte (Diniz et al., 2000; Machado et al., 2015). Todavia, reunir todas as propriedades que um material de ferramenta necessita em uma única estrutura homogênea é uma tarefa complexa em ciência dos materiais, uma vez que, por exemplo, dureza e tenacidade são propriedades opostas. Nesse sentido, uma aproximação, admitida, seria a fabricação de insertos com materiais em gradação funcional.

Portanto, o objetivo desse trabalho foi caracterizar estruturas cerâmicas a base de alumina (Al_2O_3) em gradação funcional com metal duro (WC-Co), fabricadas por metalurgia do pó e sinterizadas por SPS, avaliando a densidade relativa, a microestrutura e a microdureza ao longo da seção transversal das amostras.

2. METODOLOGIA

Os FGMs foram fabricados para possuir um gradiente de 8 camadas ao longo da espessura, a partir de diferentes frações volumétricas de pós de Al_2O_3 - ZrO_2 (alumina-zircônia) e de WC-Co (metal duro), que foram misturados e depositados em moldes de grafite classe MBIS60X (Morganite) camada por camada, previamente à etapa de sinterização. Na Tabela 1 tem-se as características dos materiais de trabalho.

Tabela 1. Características dos materiais de trabalho

Material	Tam. de partícula [μm]	Densidade [g/cm^3]	Mód. Elasticidade [GPa]	Coef. exp. térmico [$\times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$]
Al_2O_3 - ZrO_2	0,2	4,45	351	9,1
WC-Co	1,5	14,90	630	5,5

A sinterização dos FGMs ocorreu em uma máquina de SPS, modelo SPS 1050 (SPS Syntex Inc.). Duas amostras foram sinterizadas, uma na temperatura de trabalho de 1300°C e outra a 1350°C . Ambas foram processadas com pressão uniaxial de 50 MPa, durante 7 minutos na temperatura de patamar térmico e em vácuo de ~ 10 Pa.

Após o tratamento térmico as amostras foram caracterizadas, quanto à densidade relativa, Eq. (1), através do método baseado no princípio de Arquimedes, seguindo a norma ISO 10545-3:1997. Para tanto, foi utilizada uma balança de precisão modelo AD200 (Marte) com resolução de 0,001 g e kit hidrostático. Dessa forma, uma série de medições de massas seca, úmida e suspensa foram realizadas para determinar a densidade experimental (ρ_{exp}). A densidade teórica (ρ_{teor}) foi determinada, segundo a regra das misturas (German e Park, 2008).

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{exp}}{\rho_{teor}} \cdot 100 [\%] \quad (1)$$

Em seguida, as amostras foram seccionadas em uma cortadora metalográfica IsoMet 1000 (Buehler), utilizando um disco de corte 15HC (Buehler). Embutidas à quente em resina fenólica em uma embutidora PRE 30MI (Arotec). As mesmas foram lixadas com pós de SiC (Buehler) na grana de 400, 600 e 1000. Depois elas foram polidas com pasta de diamante MetaDi II (Buehler) de 15, 6 e 1 μm . Finalizada, a preparação metalográfica as amostras foram levadas para um microscópio confocal LEXT OSL4100 (Olympus) para a análise da microestrutura. Na Figura 1 tem-se o fluxograma das etapas metalográficas para se fazer a microscopia e o ensaio de microdureza.



Figura 1. Fluxograma experimental.

Os dados de microdureza foram obtidos utilizando o microdurômetro Vickers modelo 1600-6300 (Buehler). O ensaio consistiu em penetrar as amostras com um indentador piramidal de base quadrada. A medida de dureza é dada em função das médias das diagonais impressas e da carga utilizada, conforme ASTM E384-17. Foram realizadas 7 indentações em cada uma das 8 camadas para cada amostra. A carga utilizada para o ensaio foi de 1000 gf e durante os ensaios a temperatura da sala foi mantida em 24°C .

3. RESULTADOS

A caracterização dos FGMs cerâmicos iniciou-se com a avaliação da densidade relativa das amostras. Na Tabela 2 tem-se os resultados de densidade. Nota-se que para a amostra sinterizada a 1300°C a densidade relativa foi 93,79%, o que implica em um nível de porosidade de 6,21%. Para uma ferramenta de corte esse valor de porosidade é elevado e deve influenciar nos resultados de dureza, e consequentemente, na resistência ao desgaste. Todavia, ao aumentar em 50°C

a temperatura de sinterização, a densidade relativa aumentou para 97,45%, o que significa um nível de porosidade 2,55%, ou seja, uma redução 58,94% em relação à condição anterior. O aumento na densidade foi de 3,90%.

Tabela 2. Resultado de densidade.

Amostras	ρ_{exp} [g/cm ³]	$\rho_{\text{teór}}$ [g/cm ³]	ρ_{rel} [%]
a 1300°C	5,89	6,28	93,79 $\pm$ 0,15
a 1350°C	6,12	6,28	97,45 $\pm$ 0,28

Na Figura 2 tem-se uma imagem representativa da microestrutura do FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+WC-Co}$ para o melhor resultado, sinterizado a 1350°C. Através da Figura 2 (a) pode se observar as 8 camadas bem definidas. Todavia, se nota a existência de aglomerados de elementos singulares não misturados de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e WC-Co, principalmente, nas camadas 3, 4 e 5. Certamente, devido a limitações na etapa de mistura dos pós. A heterogeneidade na distribuição dos constituintes pode afetar diretamente o equilíbrio de tensão ao longo da amostra. Ravichandran (1995) cita que isso pode aumentar, pontualmente, as tensões residuais e causar trincas de origem térmica. Ao analisar a microestrutura das duas amostras sinterizadas, não se observou trincas de origem térmica, perpendiculares a superfície livre, ao longo da seção transversal, ou entre as camadas. Nas micrografias ampliadas das 8 camadas com escala de 20 μm , ver Figs. 2 (b-i), verifica-se o aumento do teor de WC-Co (fase mais clara), a partir da segunda camada. Também se observa a presença de alguns poros (pontos escuros), principalmente, nas duas primeiras camadas em relação às demais, o que representou a porosidade de 2,55%. Para a amostra sinterizada a 1300°C o resultado foi similar, porém com nível de porosidade um pouco maior.

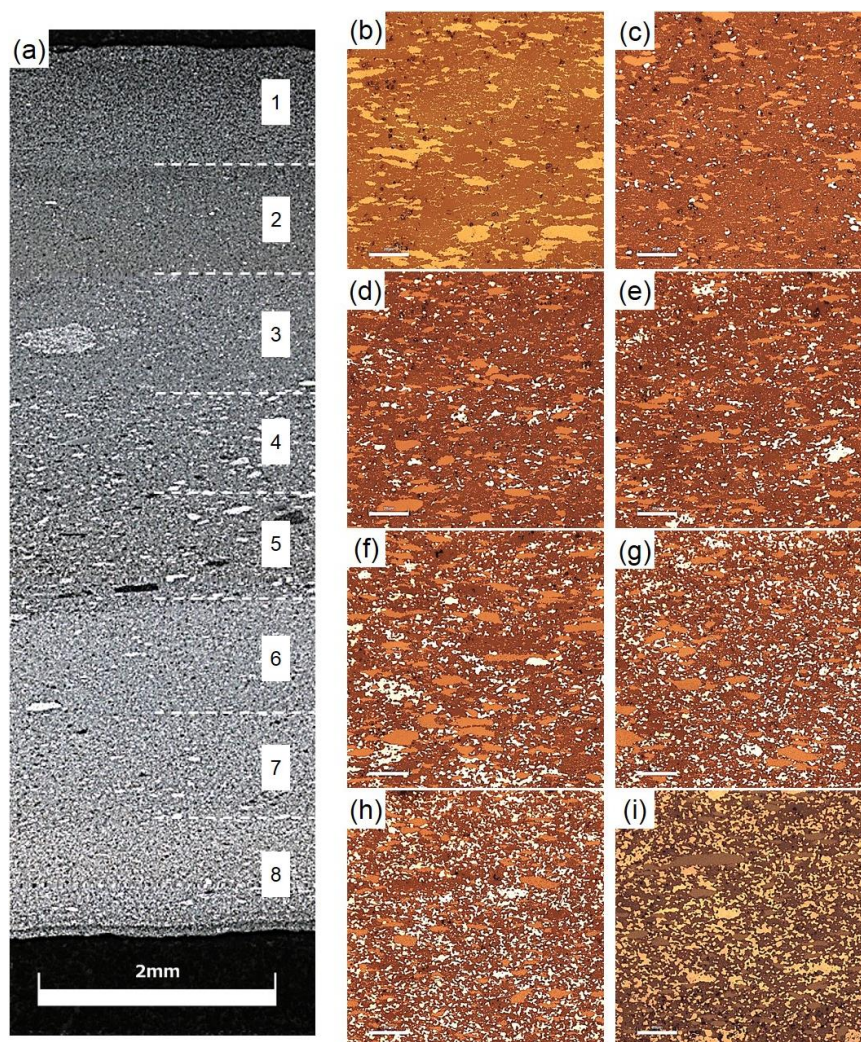


Figura 2. Micrografias do FGM $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{+WC-Co}$ sinterizado a 1350°C. (a) As 8 camadas; (b) 1ª camada; (c) 2ª camada; (d) 3ª camada; (e) 4ª camada; (f) 5ª camada; (g) 6ª camada; (h) 7ª camada; (i) 8ª camada. Da segunda para a última camada tem-se concentrações crescentes de WC-Co.

Os resultados do ensaio de microdureza Vickers para as amostras sinterizadas a 1300 e 1350°C são apresentados na Fig. 3. Para a primeira amostra, Fig. 3 (a), nota-se uma queda no valor de dureza da oitava para a primeira camada. Isso se deve, provavelmente, ao maior nível de porosidade, influenciando na propriedade mecânica do material, como cita German (1996). Para a segunda amostra sinterizada apenas a 50°C a mais, Fig. 3 (b), obteve-se a tendência de elevação da dureza da última camada (mais rica em WC-Co) para a primeira (rica em $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$), convergindo para o conceito de FGM. O aumento de dureza entre a primeira e a oitava camada foi de 15,34%. Considerando, apenas a primeira camada para ambas as amostras, o aumento na temperatura de trabalho proporcionou um aumento no valor de dureza de 43,05%.

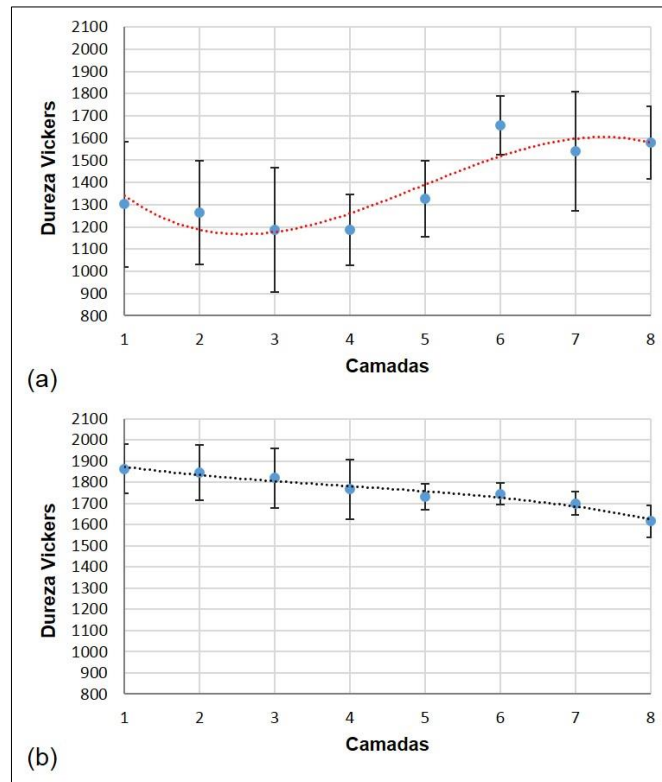


Figura 3. Perfil de dureza das amostras sinterizadas. (a) a 1300°C; (b) a 1350°C.

4. CONCLUSÃO

Os resultados indicam que os FGMs sinterizados por SPS estão próximos da sua completa densificação. Não se observou trincas ao longo da microestrutura, o que indica que as frações de volume, bem como a quantidade de camadas, não levam a tensões residuais acima do limite de resistência do material mais frágil. A variação do perfil de dureza para a amostra sinterizada a 1350°C em 15,34%, evidencia a variação de propriedade mecânica, inclusive, de maneira indireta de tenacidade, o que para a cerâmica a base de alumina pode significar aumento do seu campo de aplicação.

5. AGRADECIMENTO

Os autores agradecem a USP (PUB 2381), ao CNPq (405707/2013-4), à CAPES, à FAPESP pelo fomento à pesquisa e ao LAPRAS – Laboratório de Processos Avançados e Sustentabilidade – pelo suporte ao trabalho.

6. REFERÊNCIAS

- American Society for Testing and Materials. ASTM International. ASTM E384-17. Standard test method for microindentation hardness of materials.
- Diniz, A.; Marcondes, F.; Coppini, N., 2000. *Tecnologia da usinagem dos materiais*. Editora Artliber, São Paulo, 2ª Edição.
- German, R.M., 1996. *Sintering theory and practice*. John Wiley & Sons Inc., New York.
- German, R.M.; Park, S.J., 2008, *Handbook Mathematical Relations in Particulate Materials Processing: Ceramics, Powder Metals, Cermets, Carbides, Hard Materials, and Minerals*. John Wiley & Sons Inc., New York.
- International Organization for Standardization. ISO 10545-3:1995/Cor.1:1997(E). Ceramic tiles – part 3: Determination of water absorption, apparent porosity, apparent relative and bulk density.

- Kawasaki, A. e Watanabe, R., 1997. "Concept and P/M fabrication of functionally gradient materials". *Ceramics International*, 23, p. 79-83.
- Komanduri, R. e Samanta, S.K. 1989. Ceramics. In: *ASM Handbook, Machining*. ASM International, Vol. 16, p. 98-104.
- Machado, A.R.; Abrão, A.M.; Coelho, R.T.; da Silva, M.B., 2015. *Teoria da usinagem dos materiais*. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 2ª Edição.
- Ma, J. e Tan, G.E.B., 2001. "Processing and characterization of metal-ceramics functionally gradient materials". *Journal of Materials Processing Technology*, 113, p. 446-449.
- Mott, M. e Evans, J.R.G., 1999. "Zirconia/alumina functionally graded material made by ceramic ink jet printing". *Materials Science and Engineering A*, 271, p. 344-352.
- Orrù, R.; Licheri, R.; Locci, A.M.; Cincotti, A.; Cao, G., 2009. "Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering". *Materials Science and Engineering R*, 63, p. 127-287.
- Shi, X.L.; Shao, G.Q.; Duan, X.L.; Yuan, R.Zh.; Lin, H.H., 2005. "Mechanical properties, phases and microstructure of ultrafine hardmetals". *Materials Science and Engineering A*, 392, p. 335-339.
- Trent, E.M. e Wright, P.K., 2000. *Metal cutting*. Butterworth-Heinemann, Boston, 4th Edition.
- Upadhyaya, G.S., 2001. Materials science of cemented carbide — An overview. *Materials and Design*, 22, p. 483-489.
- Yang, K.; Feng, W-Z.; Peng, H-F.; Lv, J., 2015. "A new analytical approach of functionally graded material structures for thermal stress BEM analysis". *International Communications in Heat and Mass Transfer*, 62, p. 26-32.
- Watanabe, Y. e Sato, H., 2011. Review fabrication of functionally graded materials under a centrifugal force. In: *Nanocomposites with unique properties and applications in medicine and industry*. Dr. John Cuppoletti, editor, InTech, p. 133-150.

7. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

Os autores são os únicos responsáveis pelas informações incluídas neste trabalho.

Evaluation of Ceramic Element Functionally Graded

Luís Gustavo Camargo Martos¹

Giovani Favatti Braschi¹

Marcelo Bertolete Carneiro^{1,3}

¹São Carlos School of Engineering, University of São Paulo, 13560-250, São Carlos/SP
luís.martos@usp.br; giovani.braschi@usp.br; bertolete@sc.usp.br

Izabel Fernanda Machado²

²Polytechnic School, University of São Paulo, 05508-900, São Paulo/SP
machadoi@usp.br

Patrícia Alves Barbosa³

³Federal University of Espírito Santo, Mechanical Engineering Department, 29075-910, Vitória/ES
patricia.a.barbosa@ufes.br; marcelo.b.carneiro@ufes.br

Wagner de Rossi⁴

⁴Nuclear and Energy Research Institute, Center for Laser and Applications, 05508-000, São Paulo/SP
wderossi@ipen.br

Abstract. Functionally Graded Materials (FGM) provide a wide range of properties, because it is possible to tailor the characteristics of different materials to generate a singular element. The aim consist in manufacturing and characterize ceramic structures based on alumina (Al_2O_3) functionally graded with cemented carbide (WC-Co) with approach to cutting tools. The gradient was carried out in layers along the thickness of samples. They were sintered by Spark Plasma Sintering (SPS) technique at 1300 and 1350°C. Relative density, microstructure and microindentation hardness test along the transversal section of samples were evaluated. For the best sintered sample was obtained relative density of 97.44%, absence of thermal cracking after sintering and variation in hardness profile between the first and last layer of 15.34%, in accordance with FGM concept.

Keywords: Functionally graded material. Sintering. Relative density. Microindentation hardness.

RESPONSIBILITY NOTICE

The author(s) is (are) the only responsible for the printed material included in this paper.