

CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL EM GRADAÇÃO FUNCIONAL POR MEIO DE ENSAIOS FÍSICO E MECÂNICO

Ailana Kröhling Uliana, ailanauliana@gmail.com¹
Luma Gonçalves Fraga, luma.fraga@outlook.com¹
Marcelo Bertotele Carneiro, marcelo.b.carneiro@ufes.br¹
Patrícia Alves Barbosa, patricia.a.barbosa@ufes.br¹

¹ Universidade Federal do Espírito Santo, Centro Tecnológico, Departamento de Engenharia Mecânica, Vitória / ES - CEP:29075-910

Resumo. A usinagem é um processo de fabricação utilizado para dar forma ou acabamento em objetos sólidos por meio de ferramentas de corte. As ferramentas de corte necessitam de alta dureza, tenacidade à fratura, resistência ao desgaste e boas propriedades mecânicas em altas temperaturas. Os materiais em gradação funcional conhecidos internacionalmente pela sigla FGM - Functionally Graded Material, são formados por um gradiente intencional entre materiais distintos, com o objetivo de aliar as melhores características de ambos. Para aplicação como ferramenta de corte foi criado um material com gradação entre cerâmica branca e metal duro, de modo a aliar alta dureza e tenacidade à fratura. Esse material foi fabricado pela metalurgia do pó e para avaliar suas propriedades foram realizados ensaios de densidade (propriedade física) e de dureza (propriedade mecânica). A partir desses testes foram avaliados o nível de porosidade da amostra fabricada, a dureza e a tenacidade à fratura. Para gerar um comparativo, amostras de cerâmica branca e de metal duro, ambos comerciais, foram ensaiadas sob mesmas condições. Ao final, verificou-se variação de propriedades ao longo do gradiente do FGM. Porém, foi constatada porosidade significativa, o que influenciou nos resultados de dureza e tenacidade à fratura.

Palavras chave: Material em Gradação Funcional. Cerâmica. Metal duro. Porosidade. Dureza.

Abstract. The machining is a manufacture process used to give shape and finish to solid objects by using cutting tools. The cutting tools require high hardness, good mechanical properties in elevated temperatures, high wear resistance and fracture toughness. The Functionally Graded Materials internationally known by the abbreviation FGM, are formed by an intentional gradient between different materials, to combine the good characteristics from both. For application as a cutting tool, it was made a FGM between white ceramic and hard metal, in order to combine the high hardness and fracture toughness. This sample was manufactured by powder metallurgy and to evaluate the material characteristics the density (physical property) and hardness (mechanical property) tests were conduct. Furthermore, the same tests were done with ceramic and hard metal commercial cutting tools, as to generate a basis of comparison between the three materials. In the end, there was a change of the properties as the gradient of the sample. Although, it was found in the in the sintered FGM sample a high level of porosity, which influenced the hardness and fracture toughness results.

Keywords: Functionally Graded Material, Ceramics, Hard metal, Porosity, Hardness.

1. INTRODUÇÃO

A usinagem é um processo de fabricação, comumente utilizado para dar forma, dimensões e/ou acabamento as peças por meio do corte do material com remoção de cavaco. A usinagem de peças ocorre com ferramentas de corte constituídas por elementos de elevada dureza em relação às peças, como exemplo as ferramentas de aço-rápido, metal duro, cerâmica e ultraduro (Ferraresi, 1969). No que se refere aos materiais de trabalho, os metais duros apresentam dureza inferior em elevadas temperaturas, quando comparado às cerâmicas, porém possuem maior tenacidade à fratura (Trent e Wright, 2001). As características dos metais duros permitem que estes suportem melhor os esforços de corte antes de fraturar ou comprometer sua finalidade de uso. As cerâmicas, apesar de se fragilizarem com os impactos, sofrem menos com o desgaste da ferramenta (Callister, 2000).

Segundo Kawasaki e Watanabe (1997), o material em gradação funcional (*Functionally Graded Material* – FGM) é uma categoria de materiais que apresentam na composição dois materiais distintos, na qual a fração de volume de um aumenta em relação à do outro através da espessura da amostra na forma de um gradiente. Udupa *et al.* (2014) fornecem uma visão geral sobre assunto. Os FGMs começaram a ser estudados no Japão em 1987, com o intuito de desenvolver materiais resistentes à altas temperaturas para aplicação aeroespacial. Em seu artigo, os autores apresentam duas formas de gradação funcional, uma contínua e outra em camadas, na qual existe uma interface entre as camadas de material

depositado. A classificação dos FGMs diverge de acordo com seu critério de aplicação e pode apresentar várias composições, como por exemplo cerâmica/cerâmica, plástico/cerâmica ou metal/cerâmica, sendo este último o escopo deste trabalho. Desta forma, cada composição terá uma propriedade distinta e aplicações diversas, de modo a atuar conforme a necessidade, seja ela resistência ao calor ou até biológica.

Uma das técnicas de fabricação do FGM é por sinterização, esta é uma etapa do processo de metalurgia do pó (*Powder Metallurgy* – PM). A sinterização é uma técnica de processamento utilizada para produzir materiais e componentes com densidade controlada a partir de pós metálicos ou cerâmicos por meio da aplicação de energia térmica. A temperatura é um parâmetro de processo que influencia diretamente nas propriedades do material. Esta ocorre na faixa de 70-90% do ponto de fusão do principal constituinte na densificação do material (Ma e Tan, 2001; German, 1996; Kalpakjian e Schmid, 2006).

Bertolete *et al.* (2020) fabricaram materiais em gradação funcional composto por pó de metal duro (WC–Co) e pós de alumina (Al_2O_3 –ZrO₂ e Al_2O_3 –TiC), de modo que foram desenvolvidas duas amostras diferentes, uma utilizando cerâmica branca (Al_2O_3 –ZrO₂) com metal duro e a outra utilizando cerâmica mista (Al_2O_3 –TiC) com metal duro. Em sua tese Carneiro (2014) discorre sobre a sinterização desse material bem como a caracterização da propriedade física (densidade) e análise da microestrutura. O corpo de prova foi produzido a partir da técnica de sinterização por plasma pulsado (*Spark Plasma Sintering* – SPS), na qual ocorre aplicação simultânea de corrente elétrica e pressão mecânica sobre os pós. Após sinterizado, o corpo de prova foi submetido à ensaios mecânicos de flexão, dureza e tenacidade à fratura. Além desses testes, o autor, também avaliou o desempenho do FGM em ensaio de usinagem, uma vez que a finalidade desse novo material é a aplicação em ferramentas de corte. Devido à aplicação em usinagem, a composição do FGM fabricado é importante, pois deve reunir a dureza do material cerâmico com a tenacidade do metal duro. Carneiro (2014) comparou os dois FGM gerados com uma ferramenta de corte comercial e, de acordo com os ensaios realizados, afirma que as novas ferramentas se mostraram capazes de usinar com respostas muito parecidas com a de uma ferramenta comercial.

Este artigo disserta sobre a caracterização de uma amostra em gradação funcional (FGM) entre a Al_2O_3 –ZrO₂ e o WC–Co, por meio de ensaios físico (avaliação da densidade relativa) e mecânico (ensaio de dureza e avaliação da tenacidade a fratura). De modo a estabelecer um comparativo com os resultados do FGM, uma amostra de cerâmica e outra de metal duro, ambas comerciais, foram ensaiadas sob mesmas condições. A partir do resultado do ensaio de dureza a viabilidade da aplicação desse novo material como ferramenta de corte foi analisada.

2. ESTADO DA ARTE

2.1. Materiais para ferramenta de corte

O processo de usinagem é utilizado para a manufatura de materiais no estado sólido, com o objetivo de remover determinados volumes através de operações específicas de corte. A maioria das operações ocorrem com um tensionamento localizado de uma região da peça, havendo um movimento relativo entre a peça e a ferramenta, logo uma interação entre as forças de usinagem e o material. A facilidade e a precisão com que uma superfície é usinada depende do nível de boa adequação entre os movimentos da superfície, da máquina e da aresta cortante da ferramenta (Dieter, 1988).

A vida das ferramentas de corte está relacionada às condições elevadas de temperatura e desgaste ao qual o material que as constitui está sujeito, sendo três as principais formas de desgaste: desgaste por aderência, desgaste por abrasão e desgaste por difusão em estado sólido. Desta forma, um bom material para ferramentas de corte deve possuir alta dureza, tenacidade suficiente para evitar falha por fratura e alta resistência ao desgaste, à compressão, ao cisalhamento e ao impacto. Além disso, é importante que possua boas propriedades mecânicas e térmicas em temperaturas elevadas, resistência ao choque térmico, baixa reatividade ao material da peça e baixo custo. Quando a ferramenta não é mais capaz de produzir peças economicamente satisfatórias, tem-se a determinação da vida útil da mesma, que é diretamente influenciada pelo material da ferramenta, parâmetros de usinagem e outros fatores como fluido de corte e as propriedades da peça. (Dieter, 1988; Machado *et al.*, 2015).

Os aços-ferramenta com alto teor de carbono foram os primeiros materiais empregados como ferramentas de corte, apresentando de 0,7 a 1,5% de carbono. O principal tratamento térmico para conferir dureza é a têmpera em água. A aplicação dessas ferramentas é limitada a baixas velocidades de corte, pois acima de 150°C a dureza decresce rapidamente. A dureza pode apresentar melhora ao acrescentar elementos de liga como cromo, vanádio, tungstênio e cobalto. Para velocidades de corte maiores, em que é necessária retenção da dureza até cerca de 540°C, faz-se uso de aço rápido como material de ferramenta, com concentrações maiores de elementos de liga, podendo também ter a presença de molibdênio. Há também as ferramentas de ligas não-ferrosas, constituídas de compostos intermetálicos complexos que permitem temperatura aceitável até 800°C, porém estas são compostas por materiais frágeis (Dieter, 1988).

O campo de materiais para ferramentas apresentou um grande avanço com a introdução de ferramentas à base de carbonetos cementados, WC–Co, formando carbonetos refratários resistentes ao calor na matriz (Machado *et al.*, 2015). Outro avanço ocorreu com o uso de ferramentas à base materiais cerâmicos, em que essas apresentam maior dureza que

o metal duro, conseqüentemente possuem melhor resistência ao desgaste, além disso a ferramenta apresenta menor tendência a se soldar ao cavaco, porém são muito mais frágeis (Trent e Wright, 2001; Machado *et al.*, 2015).

2.2. Metal Duro

Metais duros, também chamados de carbonetos cementados, são um grupo de materiais compósitos formados por carbonetos e uma fase metálica que serve de ligante. Devido ao alto teor de carboneto, esses materiais possuem uma elevada dureza e alta resistência mecânica. A fase ligante confere ao metal duro a ductilidade e tenacidade (Eriksson *et al.*, 2013; Torres, 2009).

De acordo com o ASM Handbook (1998, vol. 7), partículas de tungstênio combinados com carbono, WC, em altas temperaturas formam um composto de elevada dureza e por essa razão é utilizado como material base para ferramentas. A fase ligante, para permitir a completa densificação do material final, deve corresponder aos seguintes requisitos: afinidade química com partículas de carboneto, baixo ponto de fusão, capacidade de ligação limitada com carboneto e alta ductilidade.

O carboneto de tungstênio (WC), entre outros, possui forte características metálicas, como uma boa condução elétrica e térmica. Porém, os carbonetos apresentam uma baixa capacidade de deformação plástica em temperatura ambiente em que ocorra fratura. A dureza desses materiais diminui rapidamente com o aumento de temperatura, mas permanece superior a dureza dos aços nas mesmas condições. Além disso, a combinação entre as propriedades de alta dureza, alta resistência e capacidade de deformar plasticamente antes de falhar quando submetido a esforço compressivo, faz com que ferramentas baseadas em WC sejam amplamente utilizadas como ferramenta de corte na indústria (Trent e Wright, 2001).

O metal duro formado por WC-Co apresenta finas partículas de WC, que são duras e frágeis, e a fase ligante Co, que é macia e dúctil. A estrutura intersticial desse material possui uma combinação de ligações metálicas, covalentes e iônicas (Carneiro, 2014). Para o uso como ferramenta de corte, o limite de cobalto é entre 4% e 12% da massa de metal duro. O tamanho de grão deve variar entre 0,5 μm e 10 μm , uma vez que esses influenciam fortemente na performance desses materiais (Trent e Wright, 2001).

2.3. Cerâmicas

As cerâmicas podem aparecer na natureza na forma de óxidos e em materiais naturais. Com o desenvolvimento dos estudos as cerâmicas, estas passaram a ser utilizadas em diversos componentes tecnológicos. Isso devido ao fato das cerâmicas possuírem boa resistência à compressão quando comparadas à outros materiais. Porém, quando submetidas a tração, não possuem boa ductilidade (Machado *et al.*, 2015; Askeland e Wright, 2015; Callister, 2000).

A alumina (Al_2O_3) e a sílica (Si_2) são cerâmicas que possuem uma vasta gama de aplicações e são as mais empregadas. A alumina é muito resistente às altas temperaturas devido ao alto ponto de fusão de 2.000°C. Possui baixa constante dielétrica, o que permite a utilização em encapsulamentos elétricos no meio eletrônico. Além disso, a alumina possui coeficiente de dilatação térmica de cerca de $6,8 \times 10^{-6}/^\circ\text{C}$ o que a permite ser empregada em ferramentas de corte, compósitos, abrasivos, velas de ignição, geradores de lasers, lâmpadas de iluminação, catalisadores químicos, azulejos e decorações (Askeland e Wright, 2015).

As cerâmicas constituídas puramente de alumina não podem ser empregadas como ferramenta de corte, devido à baixa tenacidade. Para melhorar essa propriedade, adiciona-se até 30% de Zircônia (ZrO_2) e/ou Carboneto de Titânico (TiC), produzindo a cerâmica branca e a preta (ou mista), respectivamente. Dessa forma, esse novo compósito tem maior tenacidade, suportando maiores impactos e choques térmicos (Carneiro, 2014).

2.4. Material em Gradação Funcional

A composição e a microestrutura dos FGMs variam ao longo do material de forma que as extremidades deste novo material são constituídas de materiais distintos e suas camadas intermediárias variam suavemente de um material para o outro. A nível macroscópico, tem-se um material heterogêneo com novas propriedades oriundas de materiais homogêneos (Kawasaki e Watanabe, 1997; Udupa *et al.*, 2014). É muito comum a formação de um gradiente entre um material metálico e um cerâmico, havendo nas camadas intermediárias uma substituição gradual da matriz do metal para o cerâmico, em termos de microestrutura. Assim, a fase metálica é gradualmente reduzida e se transforma em fases isoladas dispersas na matriz cerâmica no lado rico em cerâmica (Kawasaki e Watanabe, 1997).

A fabricação de um novo material em gradação funcional deve ser embasada nas propriedades desejadas a serem alcançadas, bem como na disponibilidade para o processo de fabricação e reprodutibilidade. Mesmo com as estimativas e o projeto de um FGM de forma teórica, suas propriedades e funções só poderão ser efetivamente calculados por meio da caracterização do novo material com ensaios experimentais (Kawasaki e Watanabe, 1997).

O desenvolvimento de um gradiente contínuo de pós mistos ocorre por meio do processo de formação de spray em pó, em que é necessário um sistema de mistura e fornecimento de suspensão e um sistema de pulverização e secagem para a deposição dos pós. Desta maneira, é possível obter camadas mais finas e um melhor controle dimensional. Uma

alternativa versátil ao uso do spray de pó é o uso de raio laser, porém esse possui maior valor agregado (Kawasaki e Watanabe, 1997).

2.5. Avaliação da Densidade

A densidade é uma propriedade física importante para caracterizar os materiais sinterizados. Na metalurgia do pó a avaliação da densidade relativa após a sinterização é importante, pois é por meio desta que se determina o volume de vazios, ou seja, poros do material sinterizado (Askeland e Wright, 2015).

O ensaio de densidade se baseia na norma ABNT NBR ISO 10545-3 (2020), neste artigo foi utilizada uma adaptação desta norma e o princípio de avaliação adotado é o de Arquimedes. Este princípio se dá pela impregnação das amostras secas em água e posteriormente com a suspensão em água. Os valores das propriedades são obtidos da relação entre massa seca, úmida e suspensa.

A densidade teórica (ρ_{teo}) é a densidade idealizada, ou seja, é obtida considerando um material isento de poros a partir da célula unitária da rede cristalina do material. Seus valores são encontrados por meio da ficha técnica do produto ou pela regra das misturas. A densidade relativa, normalmente referida como a densidade da estrutura compactada, é a razão entre a densidade experimental e a teórica (ABNT NBR ISO 10545-3, 2020).

Nos cálculos, utilizando a norma ABNT NBR ISO 10545-3 (2020) como referência, assume-se que a densidade da água é igual a 1g/cm^3 . Uma vez que a temperatura da água influencia na densidade da mesma, German (1996) propõe o seguinte cálculo, Eq. (1), para corrigir a densidade (ρ_{H_2O}), na qual T é a temperatura da água em graus Celsius.

$$\rho_{H_2O} = 1,0017 - 0,0002135T \quad (1)$$

A densidade aparente (ρ_{ap}) de uma amostra é obtida por meio da razão entre a massa seca e o volume exterior, incluindo os poros, conforme Eq. (2), na qual a densidade aparente tem a grandeza [g/cm^3], sendo V o volume externo da amostra, Eq. (3) (ABNT NBR ISO 10545-3, 2020).

$$\rho_{ap} = \frac{m_1}{V} \quad (2)$$

$$V = m_2 - m_3 \quad (3)$$

A densidade aparente corrigida pela densidade da água na temperatura do ambiente, também chamada de densidade experimental (ρ_{exp}), Eq. (4), é uma relação entre as três massas medidas, seca (m_1), úmida (m_2) e suspensa (m_3), e a densidade da água corrigida (ρ_{H_2O}). A grandeza é [g/cm^3] (ABNT NBR ISO 10545 - 3, 2020).

$$\rho_{exp} = \left(\frac{m_1}{m_2 - m_3} \right) \rho_{H_2O} \quad (4)$$

A densidade relativa (ρ_{rel}), Eq. (5), é a porcentagem de fase sólida presente no material. O cálculo é a razão entre a densidade experimental (ρ_{exp}) e a densidade teórica (ρ_{teo}). Por definição, a fração sólida mais a fração de vazios deve ser igual a 1. Portanto, a porcentagem de porosidade é a diferença em 100% da densidade relativa (Carneiro, 2014).

$$\rho_{rel} = \left(\frac{\rho_{exp}}{\rho_{teo}} \right) 100 \quad (5)$$

2.6. Ensaio de Dureza

A dureza classifica a resistência à penetração de um material em outro por meio da análise da impressão proporcionada pelo ensaio na superfície da amostra. A impressão é obtida devido a deformação plástica permanente do material provocado pela ponta de penetração de dureza superior à do material ensaiado. Os ensaios de dureza são muito aplicados devido a sua simplicidade e baixo custo, além de ser um ensaio não destrutivo que permite que outras propriedades mecânicas possam ser estimadas (Callister, 2000).

Uma classificação de microdureza é a Vickers, que é ensaiada com um indentador de diamante muito pequeno com geometria piramidal, base quadrada e o ângulo interno entre as faces opostas da pirâmide deve ser de 136° (Dieter, 1988; ASTM C1327-15, 2019). É necessário que a superfície a ser ensaiada seja lixada e polida previamente, de modo a obter uma medida precisa. Este tipo de ensaio é adequado para regiões pequenas e selecionadas (Callister, 2000).

Segundo a ASTM C1327-15 (2019), o indentador Vickers é usado para criar indentações quadradas no material. Após a retirada da carga, essas indentações têm suas diagonais medidas com auxílio de um microscópio óptico. A carga aplicada durante o ensaio também é de suma importância para o cálculo da dureza Vickers (HV).

O valor da dureza Vickers (HV) é obtido pela Eq. (6), calculado a partir da média do comprimento das diagonais d, em milímetros, e do valor da carga aplicada P, em *kilograma-força* (Dieter, 1988; ASTM C1327-15, 2019).

$$HV = \frac{1,85544P}{d^2} \quad (6)$$

2.7. Avaliação da Tenacidade à Fratura

A tenacidade à fratura (K_{IC}) é uma propriedade do material que indica sua capacidade de resistir à fratura quando o corpo é submetido à um esforço trativo ou cisalhante (Anderson, 2017; Callister, 2000). Em materiais dúcteis, essa grandeza é medida a partir de um corpo de prova padronizado, o qual possui uma pré-trinca e é submetido à um esforço trativo (Modo de carregamento tipo I), que é a forma mais crítica de carregamento (Anderson, 2017).

Em materiais frágeis, é possível medir a tenacidade à fratura a partir do ensaio de dureza. As trincas se formam devido a relação entre o material e o indentador. Elas nem sempre aparecem durante a penetração, podendo surgir durante o descarregamento, derivada das tensões residuais geradas pelas tensões compressivas durante a aplicação de carga. O comprimento dessas trincas, surgidas normalmente nas arestas da impressão, é medido e utilizado nos cálculos de K_{IC} (Carneiro, 2014).

Para calcular o valor da tenacidade à fratura do material a partir do ensaio de dureza Vickers, utiliza-se a Eq. (7), na qual 0,016 é uma constante para indentadores do tipo Vickers, H é a dureza em [GPa], P a carga aplicada em [N], c o comprimento da trinca em [m] e E é o módulo de elasticidade do material em [GPa]. Através do cálculo de K_{IC} , a tenacidade à fratura no modo de abertura I, pode ser obtida em [MPa.m^{1/2}] (Carneiro, 2014).

$$K_{IC} = 0,016 \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \frac{P}{c^3/2} \quad (7)$$

Para materiais heterogêneos é necessário calcular o valor do módulo de elasticidade (E) de acordo com o módulo de elasticidade e com a porcentagem presente de cada material de base. Desta forma, para amostras de FGM cada camada apresentará um valor diferente, conforme Eq. (8), na qual $E_{ceramica}$ é o módulo de elasticidade da cerâmica, $E_{metalduro}$ o módulo de elasticidade do metal duro, $v_{ceramica}$ a porcentagem de cerâmica na camada e $v_{metalduro}$ a porcentagem de metal duro na camada (Lanhe, 2004).

$$E = E_{ceramica}(v_{ceramica}) - E_{metalduro}(v_{metalduro}) \quad (8)$$

3. METODOLOGIA

Neste trabalho foi realizada a caracterização das propriedades mecânicas de três materiais: uma cerâmica comercial ($Al_2O_3-ZrO_2$), um metal duro comercial (WC-Co) e um material em gradação funcional ($Al_2O_3-ZrO_2 + WC-Co$).

A amostra de FGM ensaiada neste projeto foi sinterizada por plasma pulsado à 1300°C por 7 minutos com pressão de 50 MPa. Esse FGM é composto por 8 camadas, de acordo com a Tab. 1, em que a composição em fração de volume varia ao longo da espessura do material. As amostras de cerâmica e de metal duro são ferramentas de corte comerciais. A cerâmica é da classe CC620 e o metal duro é da classe H13A, ambos da Sandvik.

Tabela 1. Composição do FGM ao longo das camadas (Adaptado de Carneiro, 2014)

CAMADA	$Al_2O_3-ZrO_2$ [vol%]	WC-Co [vol%]
1	100	0
2	95	5
3	90	10
4	85	15
5	80	20
6	75	25
7	70	30
8	65	35

A Figura 1 ilustra a seção transversal da amostra de FGM a ser ensaiada, em que as camadas estão enumeradas conforme o percentual volumétrico de material correspondente à composição apresentado na Tab. 1. O degradê em escala cinza representa o aumento do teor de WC-Co em cada camada do FGM.



Figura 1. Ilustração da seção transversal da amostra de FGM com oito camadas em gradação funcional

O primeiro procedimento a ser realizado foi o ensaio de densidade, baseado na norma ABNT NBR ISO 10545-3 (2020), que considera a medição de uma série de massas seca, úmida e suspensa. Para a medição da massa seca, as amostras foram levadas à uma estufa NL80/42 (New Lab) em temperatura de 110°C por pelo menos 24h de modo a remover toda a umidade presente na superfície. Para a aferição de massa úmida e suspensa, as amostras foram submetidas a imersão em água destilada em ebulição pelo período de 2h. A massa suspensa foi aferida por meio do dispositivo de Arquimedes. Para cada amostra, as massas seca, úmida e suspensa foram medidas 15 vezes fazendo uso de uma balança de precisão com resolução de 0,001 g.

O ensaio de dureza foi baseado na norma ASTM C1327-15 (2019). Para este ensaio as amostras foram fixadas em baquelite em uma embutidora EFD 30 (Fortel). Em seguida, as amostras foram lixadas e polidas em uma politriz. Foram utilizados dois equipamentos para o ensaio de dureza. A amostra contendo o material cerâmico foi ensaiada no microdurômetro Microtest Zwick 3212B sob carga de 10 kgf e para as amostras de metal duro e FGM foi utilizado o durômetro Wolpert sob carga de 15,625 kgf. A necessidade da utilização de equipamentos diferentes se deve ao fato de que cada equipamento apresenta um intervalo de carga aplicada, que necessita ser suficiente para propagar trincas nas diagonais das indentações de modo a se obter posteriormente os valores de tenacidade à fratura. Pelo menos 7 indentações foram realizadas em cada camada da amostra de FGM, sempre respeitando a distância entre as indentações conforme a norma. O mesmo procedimento foi realizado para cada amostra comercial.

Para obter os valores de dureza e tenacidade à fratura de cada indentação, imagens foram registradas no Microscópio Invertido Eclipse MA200 (Nikon). A partir destas foi possível realizar a medição das diagonais das indentações e dos tamanhos das trincas, sendo possível calcular a dureza do material, Eq. (6), e a tenacidade à fratura no modo de carregamento I, Eq. (7).

4. RESULTADOS OBTIDOS

Os resultados obtidos no desenvolvimento do trabalho por meio da avaliação da densidade e do ensaio de dureza tem como principal objetivo caracterizar a amostra em estudo de modo a comparar os resultados com os materiais comerciais (de base).

A avaliação da densidade realizada a partir dos dados das massas para a amostra comercial de cerâmica, a amostra comercial de metal duro e a amostra sinterizada de FGM são apresentados na Tab. 2.

Tabela 2. Resultados do ensaio de densidade.

RESULTADOS	CERÂMICA COMERCIAL	METAL DURO COMERCIAL	FGM
Densidade aparente [g/cm ³]	3,96	14,70	5,97
Densidade experimental [g/cm ³]	3,95	14,65	5,95
Densidade teórica [g/cm ³]	4,02	14,90	6,28
Densidade relativa [%]	98,21	98,30	94,73
Porosidade [%]	1,79	1,70	5,27

Comparando o percentual de densidade relativa das três amostras e o percentual de porosidade, é possível observar que os materiais comerciais se aproximam melhor da completa densificação, enquanto o FGM possui aproximadamente 5% do seu volume sendo poros. Estes vazios estão concentrados nas fases mais ricas em Al₂O₃, por ser o material mais difícil de sinterizar. A porosidade se deve ao processo de sinterização da amostra que é influenciado pela temperatura, uma vez que a temperatura de sinterização do FGM foi menor que as temperaturas de sinterização dos materiais de base.

O volume de poros interage nas propriedades mecânicas do material, de modo a reduzir a dureza e aumentar a tenacidade à fratura, pois atuam absorvendo a energia de propagação da trinca (Kim *et al.*, 2016; Meyers, 2009; Chawla, 2009).

A partir da média dos valores medidos das diagonais e da carga aplicada, calculou-se a dureza Vickers de cada referencial. Por meio das mesmas indentações e do resultado do ensaio de dureza das amostras, foi obtida a tenacidade à fratura. Os principais resultados do ensaio estão dispostos conforme Tab. 3.

Tabela 3. Valores obtidos para a dureza e a tenacidade à fratura dos materiais em estudo

MATERIAL	DUREZA MÉDIA [HV]	DESVIO PADRÃO [HV]	TENACIDADE À FRATURA [MPa.m ^{1/2}]	DESVIO PADRÃO [MPa.m ^{1/2}]
Cerâmica Comercial	1664,48	326,07	4,20	0,70
Metal Duro Comercial	1283,61	175,69	13,00	1,30
Camada 1 FGM	748,14	102,11	6,57	1,65
Camada 2 FGM	943,44	145,60	6,58	0,81
Camada 3 FGM	939,40	246,53	5,71	0,64
Camada 4 FGM	919,46	240,43	5,01	0,84
Camada 5 FGM	906,50	230,21	4,95	0,92
Camada 6 FGM	848,33	214,31	4,54	0,86
Camada 7 FGM	892,81	169,31	4,93	0,72
Camada 8 FGM	1085,81	303,44	4,33	1,38

É possível observar que a primeira camada, composta exclusivamente de pó cerâmico Al₂O₃-ZrO₂, possui a menor dureza quando comparada às demais camadas. Esse resultado diverge do esperado, uma vez que uma das características dos cerâmicos é a elevada dureza quando contraposto ao metal duro que possui fase metálica que confere maior tenacidade à fratura em detrimento a dureza, conforme Callister (2000). As amostras dos materiais comerciais de base apresentaram uma elevada densificação e consequentemente resultados característicos de dureza. O ideal seria que os valores obtidos para o FGM estivessem entre os valores da cerâmica e do metal duro. Como isso não ocorreu, devido à porosidade na amostra, o FGM apresentou valor de dureza inferior à referência, com perda de propriedade em direção à primeira camada. Porém há uma variação da propriedade ao longo do gradiente funcional, como esperado.

Ao relacionar os dados obtidos com o ensaio de dureza e os dados de densidade, pode-se inferir que as camadas iniciais, com maiores concentrações de base cerâmica acumularam maior percentual de poros. A temperatura de referência de sinterização é uma explicação para o surgimento da porosidade. Por plasma pulsado (SPS) o metal duro sinteriza com a temperatura em torno 1000 a 1200°C, enquanto a cerâmica em torno de 1300 a 1400°C. Como o tratamento ocorreu a 1300°C, o metal duro foi favorecido, enquanto a cerâmica não atingiu completamente a densificação. Estas condições afetam as propriedades dos materiais e, portanto, a caracterização do material, conforme cita German (1996).

Para os valores de tenacidade a fratura houve um decréscimo conforme aumento da porcentagem de metal duro nas camadas. Esperava-se que, devido às suas propriedades, a camada puramente cerâmica apresentasse uma tenacidade à fratura inferior quando comparada ao metal duro, de modo similar à ferramenta comercial. A porosidade presente na amostra de FGM, normalmente localizada nos limites de grãos dos materiais sinterizados auxilia na absorção de energia de propagação da trinca de modo a alterar o modo de fratura. A porosidade pode ter influenciado no Módulo do Young (Kim *et al.*, 2016; Meyers, 2009). Desta maneira, as três primeiras camadas estão mais tenazes e podem absorver melhor as tensões e o deslocamento do material durante e após o recuo do indentador.

5. CONCLUSÃO

Na caracterização por meio de ensaio físico e mecânico, observou-se que a amostra de FGM em estudo, material em gradação funcional composto por cerâmica branca Al₂O₃-ZrO₂ e metal duro WC-Co, apresenta variação das propriedades ao longo do gradiente intencional dos materiais de base, conforme esperado. Porém, a amostra apresentou alta porosidade, quando comparado aos materiais comerciais avaliados (cerâmica classe CC620 e metal duro classe H13A), influenciando diretamente na dureza e tenacidade à fratura. Por meio dos resultados obtidos, conclui-se que a temperatura utilizada no processo de sinterização comprometeu a densificação das camadas com maiores frações de material cerâmico. Logo, a amostra em estudo não possui vantagens na aplicação como ferramenta de corte. A fabricação de um FGM com maior temperatura de sinterização, beneficiando a densificação da cerâmica, influenciará positivamente na viabilidade para a aplicação como ferramenta de corte em processos de usinagem.

6. AGRADECIMENTOS

À FAPES (processos 083/2019 e 144/2020) pelo auxílio à pesquisa, CNPq e CAPES.

7. REFERÊNCIAS

- ABNT NBR ISO 10545-3, 2020. *Placas cerâmicas - Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e densidade aparente*. Rio de Janeiro.
- Anderson, T. L., 2017. *Fracture Mechanics Fundamentals and Applications*. CRC Press, Boca Raton, 4th edition.
- Askeland, D. R. e Wright, W. J., 2015. *Essentials of Materials Science and Engineering*. Cengage Learning, Stamford, 3ª Edição.
- ASM Handbook, 1998. *American Society for Metals*, Vol. 7. ASM International.
- ASTM C1327 - 15, 2019. *Standard Test Method For Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*. West Conshohocken.
- Bertolete, M., Barbosa, P., de Rossi, W., Fredericci, C. e Machado, I. F., 2020. “Mechanical characterization and machining evaluation of ceramic cutting tools functionally graded with six layers”. *Ceramic International*, pp. 15137–15145.
- Callister, W. D. J., 2000. *Fundamentos da Ciência e Engenharia de Materiais*. LTG, Rio de Janeiro, 5ª Edição.
- Carneiro, M.B., 2014. *Fabricação de ferramentas de corte em gradação funcional por Spark Plasma Sintering (SPS)*. Tese de doutorado, Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, São Paulo.
- Dieter, G. E., 1988. *Mechanical Metallurgy*. McGraw-Hill, Singapura, SI metric edition.
- Eriksson, M., Radwan, M. e Shen, Z., 2013. “Spark plasma sintering of WC, cemented carbide and functional graded materials”. pp. 31–37.
- Ferraresi, D., 1969. *Fundamentos da Usinagem dos Metais*. Edgard Blücher LTDA, São Carlos.
- German, R., 1996. *Sintering theory and practice*. John Wiley Sons Inc., New York.
- Kalpakjian, S. e Schmid, S.R., 2006. *Manufacturing engineering and technology*. Prentice Hall, Upper Saddle River, 5ª Edição.
- Kawasaki, A. e Watanabe, R., 1997. “Concept and P/M fabrication of functionally gradient materials”. *Elsevier Ceramics International*, pp. 73 – 83.
- Kim, Y., JO, H., Allen, J.L., Choe, H. Wolfenstine, J.e Sakamoto, J., 2016. “The Effect of Relative Density on the Mechanical Properties of Hot-Pressed Cubic $Li_7La_3Zr_2O_{12}$ ”. p. 1367–1374.
- Lanhe, W., 2004. “Thermal buckling of a simply supported moderately thick rectangular FGM plate”. *Elsevier Composite Structures*, pp. 211 – 218.
- Ma, J. e Tan, G., 2001. “Processing and characterization of metal-ceramics functionally gradient materials”. *Elsevier Journal Material Processing Technology*, pp. 446–449.
- Machado, A.R., Abrão, A.M., Coelho, R.T. e da Silva, M.B., 2015. *Teoria da usinagem dos materiais*. Editora Edgard Blücher, São Paulo, 2ª Edição.
- Meyers, A. M. e Chawla, K., 2009. *Mechanical behavior of materials*. Cambridge University Press, Cambridge, 2ª Edição.
- Torres, C.S., 2009. *Estudo da moagem de alta energia e sinterização do metal duro WC-Ni*. Tese de mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- Trent, E. M. e Wright, P. K., 2001. *Metal Cutting*. Butterworth–Heinemann, 4ª Edição.
- Udupa, G., Rao, S. S. e Gangadharan, K.V., 2014. “Functionally graded composite materials: an overview.” *Elsevier Procedia Materials Science*, pp. 1291 – 1299.

8. RESPONSABILIDADE PELAS INFORMAÇÕES

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