

**UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL  
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA TECNOLOGIA  
CURSO DE GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA**

**ÂNGELO PRADELLA TITTON**

**DESEMPENHO MECÂNICO DE CERÂMICOS INJETADOS À BAIXA PRESSÃO**

**CAXIAS DO SUL  
2014**

**ÂNGELO PRADELLA TITTON**

**DESEMPENHO MECÂNICO DE CERÂMICOS INJETADOS À BAIXA PRESSÃO**

Relatório de conclusão de curso de graduação, apresentado na disciplina de Estágio II MEC0256 ao Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia da Universidade de Caxias do Sul, como requisito parcial para a obtenção do grau de Bacharel em Engenharia da Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Robinson Carlos Dudley Cruz

**CAXIAS DO SUL  
2014**


ÂNGELO PRADELLA TITTON

**DESEMPENHO MECÂNICO DE CERÂMICOS INJETADOS À BAIXA PRESSÃO**

Relatório do Trabalho de Conclusão de Curso  
apresentado como requisito parcial para a  
obtenção do título de Engenheiro Mecânico na  
Universidade de Caxias do Sul.


Aprovado em 26 de novembro de 2014.

**Banca Examinadora**




---

Prof. Dr.-Ing. Robinson Carlos Dudley Cruz  
Universidade de Caxias do Sul – UCS




---

Profa. Dra. Maria Cristina More Farias  
Universidade de Caxias do Sul – UCS



---

Profa. Dra. Janete Eunice Zorzi  
Universidade de Caxias do Sul



---

Eng. Arthur Susin Neto  
Instituto de Materiais Cerâmicos - UCS

Dedico este trabalho aos meus pais Adelino e Iracema por terem me acompanhado nessa jornada e terem me ajudado a vencer mais uma etapa em minha vida.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus pais, Adelino e Iracema, por terem me propiciado uma ótima educação e pelo carinho imensurável recebido tanto nos momentos difíceis quanto nos alegres.

A minha irmã Angélica pelo comprometimento quando necessário.

A minha namorada Fernanda pela paciência e compreensão nesses últimos anos de Engenharia.

Ao Prof. Robinson, pela dedicação e orientações prestadas na elaboração deste trabalho, sempre me incentivando e colaborando no desenvolvimento de minhas ideias.

Aos Professores Carlos e Janete pela amizade, paciência e orientações durante a iniciação à pesquisa.

A Universidade de Caxias do Sul e ao Instituto de Materiais Cerâmicos por disponibilizarem a infraestrutura necessária para confecção deste trabalho.

Aos meus colegas de trabalho, em especial ao Arthur e ao Sérgio que me propiciaram tempo e o conhecimento necessário para desenvolvimento das tarefas.

Ao Eduardo pelo auxílio na fabricação dos moldes.

Aos meus colegas de engenharia, aos irmãos de farda, aos parceiros do futebol e aos parceiros das noitadas.

“O conhecimento nos faz  
responsáveis.”

**Che Guevara**

## RESUMO

O objetivo deste trabalho é avaliar as variáveis de processamento e características construtivas de moldes metálicos que interferem na confiabilidade mecânica de cerâmicos injetados à baixa pressão. A qualidade superficial e a rugosidade de um material cerâmico podem influenciar na confiabilidade e desempenho que esse produto possa apresentar. Tendo isso em mente, este trabalho mostra o estado da arte das pesquisas que correlacionam as propriedades dos materiais cerâmicos com as etapas de fabricação, especialmente aquelas focadas na moldagem por injeção à baixa pressão, remoção de ligantes e processo de sinterização. Também foram discutidas pesquisas sobre métodos de avaliação de desempenho mecânico e análise estatística.

No final deste trabalho, foram propostos novos passos para a fabricação de cerâmicas de alumina por moldagem por injeção à baixa pressão. Os melhores resultados foram obtidos com a combinação de um molde de alumínio revestido com *Teflon*<sup>®</sup> e o uso de um pó virgem no leito utilizado para remoção dos ligantes. A análise estatística de Weibull foi eficaz para a medição da confiabilidade mecânica dos produtos cerâmicos fabricados.

**Palavras-chaves:** Moldagem por injeção à baixa pressão, remoção de ligantes, alumina, resistência à flexão.

## ABSTRACT

The objective of this work is to evaluate the processing variables and constructive characteristics of metal molds which interfere with mechanical reliability of ceramic injected at low pressure. The quality surface and roughness of a ceramic material can influence the reliability and performance this product may be. With this in mind this paper shows the state of the art studies that correlate with the properties of the ceramic materials manufacturing steps, especially those focused in injection molding, low pressure, removal of binders and sintering process. Research on mechanical methods of performance evaluation and statistical analysis were also presented.

At the end of this work, new steps have been proposed for the production of alumina ceramics by low pressure injects molding. The best results were obtained with the combination of an aluminum cast *Teflon*<sup>®</sup> coated and the use of virgin powder in the bed to remove the binders used. The Weibull statistical analysis was effective for measuring the mechanical reliability of manufactured ceramic products.

Key-words: low pressure injection molding, debinding, alumina, flexural strength.



## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Micrografia eletrônica de varredura de um compacto de pó de óxido de alumínio sinterizado a 1700°C (aproximação 5000x) .....	20
Figura 2 - Influência da porosidade (a) sobre o módulo de elasticidade e (b) a resistência à flexão do óxido de alumínio na temperatura ambiente.....	21
Figura 3 - Ensaio flexão por três pontos em corpos-de-prova de seção reta ou circular.....	23
Figura 4 - Ensaio de flexão de esfera sobre três esferas: a) dispositivo para ensaio, b) representação da aplicação da carga e c) exemplo do campo de tensões de tração no disco.....	25
Figura 5 - Probabilidade de falha de amostras sob tensão com a distribuição de Weibull. Os materiais são duas aluminas produzidas por dois métodos diferentes e um aço de baixo teor de carbono.....	27
Figura 6 - Comprimentos para avaliação da rugosidade .....	28
Figura 7 - Linha Média.....	28
Figura 8 - Definição da altura média aritmética.....	29
Figura 9 - Altura máxima das irregularidades.....	30
Figura 10 - Definição do parâmetro de 10 pontos de altura.....	30
Figura 11 - Colagem de barbotina ( <i>drain casting</i> ). a) O molde poroso é b) preenchido com barbotina; c) depois de um tempo o excesso é drenado e d) a peça é aparada. Se deixado em repouso por um longo tempo, pode-se produzir e) uma peça espessa ou mesmo f) uma peça sólida. g) Na colagem sob pressão ( <i>slip pressure casting</i> ), a suspensão é bombeada através do molde polimérico. ....	32
Figura 12 - Etapas envolvidas em um processo de prensagem uniaxial de pós. a) A cavidade do molde é preenchida com o pó. b) O pó é compactado por meio de pressão aplicada na parte superior do molde. c) A peça compactada é ejetada pela ação de elevação do punção inferior. d) A sapata de enchimento empurra a peça compactada para fora do molde, e a etapa de enchimento é repetida e (b) Esquema de prensagem isostática.....	33
Figura 13 - Processo de LPIM.....	36
Figura 14 - Esquema do processo de extrusão. 1) rosca sem fim; 2) alimentador; 3) matriz (boquilha); 4) produto extrudado.....	37
Figura 15 - Equipamento de prototipagem.....	38
Figura 16 - Modelo de injeção.....	41

Figura 17 - a) cavidades antes do recobrimento com <i>Teflon</i> <sup>®</sup> e b) cavidades recobertas.....	42
Figura 18 - Medição da rugosidade em uma das cavidades com <i>Teflon</i> <sup>®</sup> .....	42
Figura 19 - Peças de alumina recém injetadas antes da extração do molde .....	43
Figura 20 - a) Remoção dos ligantes em leito de pó; e b) peças pré sinterizadas posicionadas no forno para sinterização.....	44
Figura 21 - Rampas e patamares para os processos após injeção.....	45
Figura 22 - Câmara do forno de sinterização com mobília, peças injetadas e PTCR .....	45
Figura 23 - Dispositivo de medição de Arquimedes para obtenção da massa submersa .....	46
Figura 24 - (a) Vista esquemático do dispositivo para fixação das amostras; e (b) dispositivo confeccionado neste trabalho.....	47
Figura 25 - Comparativo da média e desvio padrão da média encontrados para a tensão máxima de ruptura para diferentes condições de processamento .....	51
Figura 26 - Comparativo da distribuição de Weibull para as tensões de ruptura.....	52

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Exemplos de aplicação para diferentes escalas de pureza da Alumina.....	19
Tabela 2 - Valores de algumas propriedades físicas, a temperatura ambiente, da $\alpha$ -alumina sinterizada .Os valores de algumas propriedades se referem a amostras com fração em massa de alumina $\geq 99,5$ %, densidade em massa $\geq 98$ % da densidade teórica e tamanho de grão em torno de 5 $\mu\text{m}$ . .....	19
Tabela 3 - Durezas Knoop aproximadas (carga de 100 g) para materiais cerâmicos.....	21
Tabela 4 - Valores de cut-off recomendados.....	29
Tabela 5 - Veículo orgânico (14% em peso do <i>feedstock</i> ) .....	40
Tabela 6 - Componentes totais do <i>feedstock</i> .....	41
Tabela 7 - Parâmetros de injeção das amostras .....	43
Tabela 8 - Medidas de rugosidade das cavidades do molde sem e com (S/C) <i>Teflon</i> <sup>®</sup> .....	48
Tabela 9 - Densidade aparente e o percentual da densificação relativa comparada com a teórica das peças sinterizadas .....	49
Tabela 10 - Densidade aparente e o percentual da densificação relativa comparada com a teórica das peças sinterizadas – método de Arquimedes .....	50
Tabela 11 - Comparativo das medidas de rugosidade superficial das amostras sinterizadas ..	53

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

3D	Três dimensões
ABNT	Associação Brasileira de Normas Técnicas
ASTM	<i>American Society Testisg and Materials</i>
B3B	<i>Ball on three ball test</i>
IMC	Instituto de Materiais Cerâmicos
ISO	<i>International Organization for Standardization</i>
LPIM	<i>Low pressure injection molding</i>
LPV	Leito de Pó Virgem
LPR	Leito de Pó Reutilizado
LPV+T	Leito de Pó Virgem mais <i>Teflon</i> <sup>®</sup>
LPR+T	Leito de Pó Reutilizado mais <i>Teflon</i> <sup>®</sup>
MPI	Moldagem por injeção
RP	<i>Rapid Prototyping</i>
PTCR	<i>Process Template Control Rings</i>
UCS	Universidade de Caxias do Sul

## SUMÁRIO

<b>1.</b>	<b>INTRODUÇÃO .....</b>	<b>15</b>
1.1	CONTEXTUALIZAÇÃO .....	15
1.2	JUSTIFICATIVA .....	16
1.3	OBJETIVOS .....	17
<b>1.3.1</b>	<b>Objetivo Geral.....</b>	<b>17</b>
<b>1.3.2</b>	<b>Objetivos Específicos.....</b>	<b>17</b>
<b>2.</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA .....</b>	<b>18</b>
2.1	CERÂMICOS AVANÇADOS.....	18
<b>2.1.1</b>	<b>Óxido de Alumínio (Alumina – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e Propriedades Mecânicas.....</b>	<b>18</b>
<b>2.1.2</b>	<b>Avaliação das Propriedades Mecânicas em Peças de Cerâmicas Avançadas .....</b>	<b>20</b>
2.1.2.1	Porosidade .....	20
2.1.2.2	Dureza.....	21
2.1.2.3	Fratura frágil das cerâmicas avançadas .....	22
2.1.2.4	Densidade .....	22
2.1.2.5	Resistência Mecânica (Resistência à Flexão).....	23
<b>2.1.3</b>	<b>Tratamento Estatístico para Avaliar o Desempenho Mecânico de Cerâmicos.....</b>	<b>25</b>
<b>2.1.4</b>	<b>Acabamento Superficial (Rugosidade) .....</b>	<b>27</b>
2.1.4.1	Comprimento de Amostragem ( <i>cut-off</i> ) .....	28
2.1.4.2	Linha Média (L <sub>M</sub> ) .....	28
2.1.4.3	Desvio Médio Aritmético (R <sub>a</sub> ).....	29
2.1.4.4	Altura Máxima das Irregularidades (R <sub>máx</sub> , R <sub>y</sub> ou R <sub>ty</sub> ) .....	30
2.1.4.5	Altura das Irregularidades (R <sub>z</sub> – DIN/ISO) .....	30
2.2	PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS.....	31
<b>2.2.1</b>	<b>Colagem.....</b>	<b>31</b>
<b>2.2.2</b>	<b>Prensagem .....</b>	<b>32</b>
<b>2.2.3</b>	<b>Moldagem por Injeção (MPI).....</b>	<b>33</b>
2.2.3.1	Processo de moldagem por injeção a baixa pressão (LPIM).....	35
<b>2.2.4</b>	<b>Extrusão.....</b>	<b>36</b>
<b>2.2.5</b>	<b>Prototipagem.....</b>	<b>37</b>
2.3	REMOÇÃO DE LIGANTES E SINTERIZAÇÃO.....	38
<b>3.</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>40</b>

3.1	SUSPENSÃO CERÂMICA .....	40
3.2	GEOMETRIA DOS INJETADOS .....	41
3.3	PARÂMETROS DE INJEÇÃO .....	43
3.4	REMOÇÃO DOS LIGANTES E SINTERIZAÇÃO .....	43
3.5	MEDIÇÕES.....	45
<b>3.5.1</b>	<b>Densidade .....</b>	<b>45</b>
<b>3.5.2</b>	<b>Resistência à flexão .....</b>	<b>46</b>
<b>3.5.3</b>	<b>Avaliação estatística .....</b>	<b>47</b>
<b>4</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>48</b>
4.1	MEDIDAS DE RUGOSIDADE DAS CAVIDADES .....	48
<b>4.1.1</b>	<b>Densidade Sinterizada.....</b>	<b>49</b>
<b>4.1.2</b>	<b>Resistência Mecânica à Flexão .....</b>	<b>50</b>
4.2	ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA A FLEXÃO .	51
4.3	MEDIDAS DE RUGOSIDADE DO PRODUTO FINAL .....	53
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>54</b>
	<b>BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>55</b>
	<b>APÊNDICE A – RESULTADOS DE DENSIDADE E RESISTÊNCIA À FLEXÃO.....</b>	<b>59</b>
	<b>APÊNDICE B – CÁLCULO DA INCERTEZA ESTIMADA .....</b>	<b>62</b>
	<b>APÊNDICE C – CÁLCULOS DA ESTATÍSTICA DE WEIBULL.....</b>	<b>63</b>

## 1. INTRODUÇÃO

### 1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO

A atividade industrial vem se tornando mais competitiva nos dias atuais. A pesquisa científica e tecnológica em diversas áreas do conhecimento está se tornando comum no ambiente de trabalho. Cada vez mais são necessários grandes investimentos em pesquisa e desenvolvimento para as indústrias se manterem no mercado.

Uma das grandes áreas a serem pesquisadas é a dos materiais cerâmicos. Por um lado devido à abundância de matérias-primas naturais e por outro lado às propriedades específicas que podem apresentar, como, a alta temperatura de fusão e refratariedade, resistência ao desgaste abrasivo, resistência mecânica em altas temperaturas, baixa densidade, excelente desempenho térmico e elétrico, entre outras. Devido a estas propriedades, os materiais cerâmicos ocupam cada vez mais espaço no mercado de materiais de construção mecânica, substituindo com vantagens técnicas e econômicas e em diferentes aplicações os metais e polímeros.

Em relação ao comportamento mecânico, os cerâmicos são materiais de elevada dureza, porém são muito quebradiços, ou seja, possuem baixa tenacidade (CALLISTER, 2002). A tenacidade à fratura das cerâmicas é mais baixa quando comparada com os metais e compósitos. Os valores de tenacidade encontrados na literatura (Tabela 2) são amplamente utilizados para caracterizar a resistência à fratura de cerâmicas e materiais frágeis (ĆURKOVIĆ et al, 2007).

A fim de ilustrar a aplicabilidade dos cerâmicos pode-se citar alguns componentes tradicionais importantes utilizados na indústria: engrenagens, discos de freio, machos cerâmicos para microfusão, velas de ignição, bocais de solda, ferramentas de corte, entre outros.

Estes produtos podem ser obtidos por diferentes tipos de tecnologias de fabricação como a colagem de suspensões em molde de gesso, prensagem de pó em prensas hidráulicas, moldagem por injeção em alta e baixa pressão e extrusão (REED, 1995). Diferentemente dos metais e polímeros, os produtos cerâmicos são obtidos por meio da manipulação de pós inorgânicos micrométricos (REED, 1995).

## 1.2 JUSTIFICATIVA

Algumas pesquisas na área cerâmica estão relacionadas à confiabilidade e desempenho mecânico que essas peças apresentam. Para garantir uma maior confiabilidade desses materiais deve-se trabalhar desde o início do processamento para que não sejam criados defeitos em sua microestrutura. Fissuras superficiais (trincas), vazios (porosidade), inclusões e tamanho de grão são algumas das características que afetam a resistência mecânica desses materiais (CALLISTER, 2002).

Embora o comportamento mecânico dos materiais cerâmicos seja, em diversos aspectos, superior a dos metais e polímeros, como o elevado módulo de elasticidade e resistência à compressão, algumas características de desempenho são negativas. Uma das razões pelas quais os materiais cerâmicos não são empregados amplamente na engenharia com fins estruturais é sua fratura frágil. Diferente dos metais, os cerâmicos usualmente não apresentam deformação plástica apreciável e sua resistência ao impacto é reduzida, isto é, eles apresentam baixa tenacidade. Além disso, é comum encontrar grandes variações da resistência à fratura entre os corpos de prova ou peças do mesmo lote, chegando a obter valores duas vezes mais altos (ZANOTTO, MIGLIORE, 1991).

Devido às grandes variações encontradas na resistência à fratura dos cerâmicos, torna-se necessário o uso de métodos de avaliação estatística dos resultados experimentais. A probabilidade de falha é comumente avaliada por meio do tratamento estatístico de Weibull e do diagrama de Weibull para a resistência mecânica, onde é descrita a fração das amostras que fraturam em diferentes tensões aplicadas. Assim, o projetista de componentes estruturais será capaz de assegurar que a probabilidade de ruptura seja aceitavelmente baixa dentro de certos limites de confiabilidade.

A motivação deste trabalho é consequência dos resultados obtidos e apresentados por THOMAZI (THOMAZI, 2014). Em seu trabalho foram comparadas três rotas de manufatura de alumina fabricada por injeção à baixa pressão, onde foram avaliados os efeitos causados pela alteração de parâmetros do processo de injeção, como a temperatura e tempo de resfriamento do molde. Comparativamente ao encontrado na literatura (Börger, 2001), os corpos de prova apresentaram desvios padrões elevados para tensões de ruptura semelhantes, portanto peças menos confiáveis. A tensão de ruptura para as amostras cerâmicas injetadas em forma de discos foi obtida pelo método de esfera sobre três esferas (*ball on three balls*), o mesmo utilizado por (Börger, 2001). A hipótese é que os desvios elevados encontrados no trabalho de (THOMAZI, 2014) sejam resultados da combinação da condição não controlada



da remoção dos ligantes na etapa de extração em leito de pó (*debinding by wicking*) e da qualidade superficial do molde usado para a injeção dos discos cerâmicos. Provavelmente pela alteração do pó no leito de extração e pela modificação do acabamento do molde metálico de injeção, tanto por diminuição da rugosidade superficial quanto pela adição de *Teflon*<sup>®</sup> - Politetrafluoretileno (PTFE) nas cavidades do molde, se poderá avaliar essa hipótese e em caso confirmativo obter lotes de peças mais confiáveis.

A análise da resistência mecânica, da densidade do corpo sinterizado, o acabamento superficial do molde injeção e da peça, aliada à estatística de Weibull, são ferramentas de caracterização do desempenho e da confiabilidade de materiais que serão utilizadas neste trabalho.

### 1.3 OBJETIVOS

#### 1.3.1 Objetivo Geral

Determinar as variáveis de processamento e características construtivas de moldes metálicos que influenciam na confiabilidade mecânica de cerâmicos moldados por injeção à baixa pressão.

#### 1.3.2 Objetivos Específicos

- i. Avaliar o efeito da técnica de remoção do veículo orgânico por leito de pó na tensão de ruptura de aluminas injetadas.
- ii. Analisar a influência da rugosidade superficial do molde na tensão de ruptura de aluminas injetadas.
- iii. Avaliar o desempenho mecânico e a confiabilidade de aluminas injetadas pela aplicação da distribuição estatística de Weibull na análise de tensão de ruptura.

## 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CERÂMICOS AVANÇADOS

Materiais cerâmicos avançados são compostos inorgânicos constituídos normalmente por um elemento metálico e um não metal beneficiados por algum tratamento físico e/ou químico que resulta no aumento da pureza. Diferente dos metais, os materiais cerâmicos são duros e quebradiços, ou seja, de baixa ductibilidade e baixa tenacidade, mas são utilizados em diversas aplicações estruturais de engenharia. Com poucas exceções, eles são caracterizados pela alta resistência à compressão e baixa resistência à tração.

O fator que limita a confiabilidade e a utilização desses materiais é a fratura frágil. As propriedades elétricas, magnéticas e óticas têm sido exploradas em uma série de novos produtos. Além disso, as cerâmicas avançadas são utilizadas em sistemas de comunicação de fibra óptica, em sistemas microeletromecânicos, e. g., rolamentos de esferas e aplicações que exploram o comportamento piezoelétrico de um certo número de materiais cerâmicos (CALLISTER, 2002).

O apelo das cerâmicas como materiais estruturais é baseado em sua baixa densidade, combinada com a sua resistência a altas temperaturas, alta dureza, inércia química e a alta resistência ao desgaste (REED, 1995).

#### 2.1.1 Óxido de Alumínio (Alumina – $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e Propriedades Mecânicas

Dentre as cerâmicas técnicas, a alumina é a mais utilizada e estudada devido à facilidade de obtenção, abundância, baixo custo e suas propriedades, assim, tornando-se vantajosas para a aplicação comercial. Entre as características desejáveis estão a estabilidade e a resistência em altas temperaturas (MUNRO, 1997). A principal matéria-prima para a sua obtenção é a bauxita, onde o processo Bayer é a rota mais econômica para a produção de alumina. A bauxita contém cerca de 55% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , além de ferro, sílica e outras impurezas (RICHERSON, 1992).

As aplicações podem variar de acordo com a temperatura de queima da alumina e ligantes utilizados na sua fabricação. Isto se refere à densidade e porosidade final da peça a ser utilizada. Na Tabela 1 são encontrados exemplos de aplicações para diferentes escalas de pureza da alumina.

Tabela 1 - Exemplos de aplicação para diferentes escalas de pureza da Alumina

<b>% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Porosidade</b>	<b>Área de aplicação</b>
> 99,6	Fechada	Elétrica, Engenharia, Biomedicina
> 99,8	Zero	Tubos de Lâmpadas, produtos ópticos
> 99,6 (recristalizada)	Fechada	Alta temperatura
95 – 99,5	Fechada	Elétricos em geral, Engenharia
80 – 95	Fechada	Elétricos de baixa importância
90 – 99,6	Aberta	Filtros médios
80 - 90	Aberta	Abrasivos

Fonte: Adaptado de ČURKOVIĆ et al. (2007)

Um dos principais objetivos da pesquisa e desenvolvimento com materiais cerâmicos estão relacionadas à confiabilidade e desempenho termomecânico que essas peças podem apresentar. Algumas propriedades da alumina estão resumidas na Tabela 2, como os valores das incertezas estimadas.

Tabela 2 - Valores de algumas propriedades físicas, a temperatura ambiente, da  $\alpha$ -alumina sinterizada. Os valores de algumas propriedades se referem a amostras com fração em massa de alumina  $\geq 99,5\%$ , densidade em massa  $\geq 98\%$  da densidade teórica e tamanho de grão em torno de  $5\ \mu\text{m}$ .

<b>PROPRIEDADE</b>	<b>VALOR*</b>
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,984(2)
K <sub>IC</sub> (MPa.m <sup>1/2</sup> )	3,5(5)
Módulo elástico (GPa)	416(30)
Módulo volumétrico (GPa)	257(50)
Dureza Vickers, 1kg (GPa)	15(2)
Módulo de cisalhamento (GPa)	169(1)
Calor específico (J/kg.K)	755(15)
Resistência à flexão (MPa)	380(50)
Resistência à tensão (MPa)	267(30)
Resistência à compressão (GPa)	3,0(5)
Módulo de Weibull [-]	11(4)
Expansão térmica 0 °C (10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup> )	4,6(2)
Condutividade Térmica (W/m.K)	33(2)
Temperatura de fusão (°C)	2050

\*Valores entre parênteses correspondem à incerteza na forma do último algarismo significativo

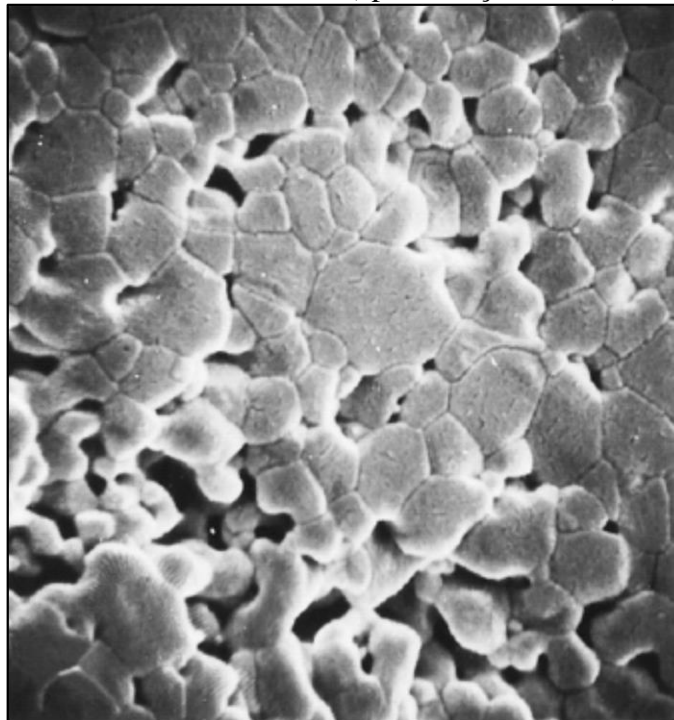
Fonte: Adaptado de MUNRO (1997)

## 2.1.2 Avaliação das Propriedades Mecânicas em Peças de Cerâmicas Avançadas

### 2.1.2.1 Porosidade

Para a maioria das técnicas de fabricação de materiais cerâmicos o material de origem encontra-se na forma de pó. Após a compactação ou conformação dessas partículas pulverizadas na forma desejada, existirão poros ou espaços vazios entre as partículas do pó. Durante o tratamento térmico posterior, a maior parte da porosidade será eliminada. Entretanto, é frequente esse processo de eliminação de poros ser incompleto, e alguma porosidade residual irá permanecer, como demonstrado na Figura 1 (CALLISTER, 2002).

Figura 1 - Micrografia eletrônica de varredura de um compacto de pó de óxido de alumínio sinterizado a 1700°C (aproximação 5000x)



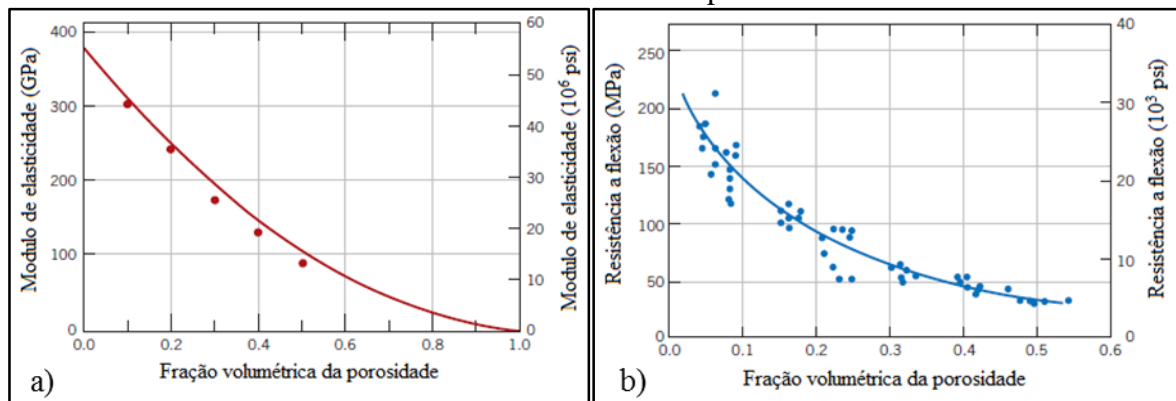
Fonte: Callister, 2002.

Qualquer porosidade residual terá uma influência negativa tanto sobre as propriedades elásticas como sobre a resistência mecânica. Para a resistência à flexão este efeito negativo é por conta dos poros reduzirem a área de seção reta através da qual uma carga é aplicada e eles também atuam como concentradores de tensões (no caso de um poro esférico isolado, uma tensão de tração que seja aplicada é amplificada por um fator de 2). A influência da porosidade sobre a resistência é relativamente drástica. É comum que uma porosidade de 10% vol seja responsável por uma diminuição em 50% na resistência à flexão em relação ao valor medido para o material sem porosidade. O grau de influência do volume de poros sobre

o módulo de elasticidade e resistência a flexão está demonstrada na Figura 2, novamente para o óxido de alumínio (CALLISTER, 2002).

A avaliação da porosidade aparente segue a norma ASTM C373-88 (*Standard Test Method of Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products*) que especifica os padrões que devem ser utilizados para os testes. A amostra deve ser pesada a seco, fervida em água por 5 horas e mais 24 horas submersa em temperatura ambiente. Tomam-se as massas das amostras submersas e saturadas. Através das relações entre as massas obtém-se a porosidade dos corpos de prova (ASTM, 2006).

Figura 2 - Influência da porosidade (a) sobre o módulo de elasticidade e (b) a resistência à flexão do óxido de alumínio na temperatura ambiente



Fonte: adaptado de Callister, 2002.

#### 2.1.2.2 Dureza

Uma propriedade mecânica de utilidade apresentada pelos materiais cerâmicos é a sua dureza, Tabela 3, que é às vezes utilizada quando uma ação abrasiva ou moedora é requerida. A dureza consiste na resistência do material à penetração de outro corpo em sua superfície. Os materiais mais duros conhecidos são os materiais cerâmicos (CALLISTER, 2002).

Tabela 3 - Durezas Knoop aproximadas (carga de 100 g) para materiais cerâmicos

Material	Dureza Knoop aproximada (Vickers)
Diamante	7000
Carbeto de boro	2800
Carbeto de silício	2500
Carbeto de tungstênio	2100
Óxido de alumínio	2100
Quartzo	800
Vidro	550

Fonte: Callister, 2002.

A geometria para medição de dureza mais utilizada é o indentador Vickers, pois além de possuir a norma ASTM C1327-08 (*Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics*) para a sua utilização, também produz uma impressão com uma simetria maior e mais profunda, com maior probabilidade de geração de trincas em suas extremidades, necessárias para a determinação de outras propriedades, como a tenacidade à fratura (ASTM, 2008).

#### 2.1.2.3 Fratura frágil das cerâmicas avançadas

À temperatura ambiente, as cerâmicas quase sempre fraturam antes que qualquer deformação plástica possa ocorrer, cerca de 0,1%.

O processo de fratura frágil consiste na formação e propagação de trincas através da seção reta do material em uma direção perpendicular a carga aplicada. O crescimento da trinca em cerâmicas cristalinas se dá geralmente através dos grãos (isto é, transgranular) e ao longo dos planos cristalográficos específicos (CALLISTER, 2002).

A norma C1421-10 (*Standard Test Methods for Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*) especifica os padrões utilizados para medição de tenacidade à fratura de cerâmicas avançadas na temperatura ambiente (ASTM, 2010).

#### 2.1.2.4 Densidade

A densidade pode ser utilizada na identificação de materiais, bem como para determinar a pureza do material. Tamanhos de partículas menores geram menos poros e conseqüentemente uma maior densidade. A diferença do tamanho de grão num mesmo lote tende a gerar gradientes de densidade nas peças a verde e conseqüentemente durante a sinterização as regiões menos densas sobrem maiores retrações ocasionando trincas, distorções e tensões residuais.

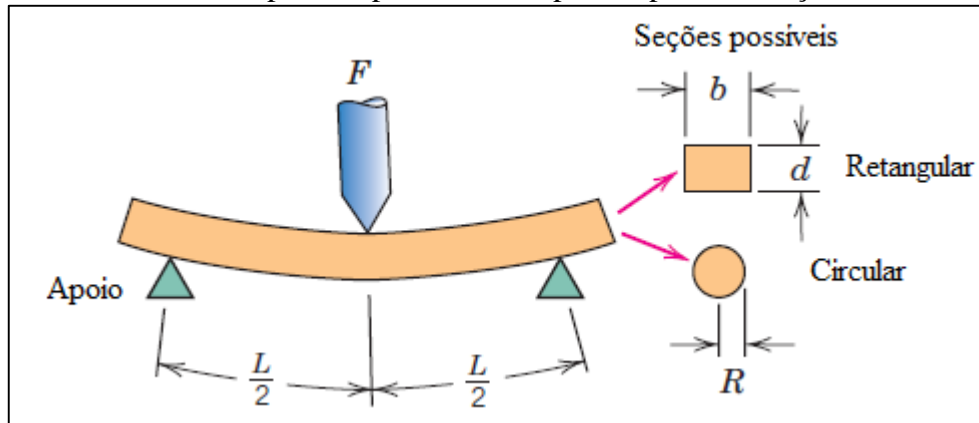
A avaliação da densidade aparente segue a norma ASTM C373-88 (*Standard Test Method of Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products*) que especifica os padrões que devem ser utilizados para os testes (ASTM, 2006).

### 2.1.2.5 Resistência Mecânica (Resistência à Flexão)

O comportamento tensão-deformação em materiais cerâmicos não é, em geral, avaliado através de ensaios de tração, pois apresenta dificuldade de preparar e testar amostras com geometria exigida e dificuldade de fixar os materiais frágeis sem fraturá-los. Além disso, as cerâmicas falham após uma deformação plástica de apenas 0,1%, o que exige que os corpos de prova de tração estejam perfeitamente alinhados (CALLISTER, 2002).

Portanto, na maioria das vezes é empregado um ensaio de flexão, onde um corpo de prova na forma de uma barra, com seção transversal circular ou retangular, é flexionado até a sua fratura, utilizando uma técnica de carregamento em três ou quatro pontos. A força aplicada leva uma região dos corpos a se contrair, devido à compressão, enquanto que outra região se alonga, devido à tração. Na Figura 3 pode-se ver o esquema de carregamento em três pontos de seções retas retangulares e circulares. A norma C 1161 (*Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature*) especifica os métodos padrões para resistência à flexão de cerâmicas avançadas em temperatura ambiente (CALLISTER, 2002; ASTM, 2008).

Figura 3 - Ensaio flexão por três pontos em corpos-de-prova de seção reta ou circular



Fonte: adaptado de Callister (2002).

O cálculo da tensão,  $\sigma$ , é dado pela Equação 1 onde,  $M$  é o momento fletor máximo,  $c$  é a distância do centro geométrico do corpo de prova até as fibras mais externas, e  $I$  o momento de inércia da seção transversal.  $F$  é a carga aplicada,  $L$  é a distância entre os apoios,  $b$  é a largura do corpo de prova,  $d$  é a espessura do corpo de prova e  $R$  é o raio do corpo de prova.

$$\sigma = \frac{Mc}{I} = \frac{3FL}{2bd^2} \text{ (Retangular)} = \frac{FL}{\pi R^2} \text{ (Circular)} \quad (1)$$

Os ensaios de flexão uniaxial, como o ensaio por três ou quatro pontos, apresentam desvantagem em relação aos ensaios de flexão biaxiais, no que diz respeito à preparação das amostras (acabamento, forma, imperfeições, marcas de fabricação, textura e planicidade) e, por isso, uma série de ensaios biaxiais estão sendo estudados ao longo dos últimos anos, como: anel sobre anel, anel sobre círculo de esferas, esfera sobre anel, uma esfera sobre três esferas e três esferas sobre três esferas (THOMAZI, 2014; BÖRGER, SUPANCIC, DANZER, 2002).

O ensaio de resistência biaxial para materiais frágeis utilizando uma esfera sobre três esferas (*B3B – Ball on three ball*) é uma ferramenta útil para o ensaio de flexão em amostras no formato de discos e oferecem algumas vantagens em comparação com o ensaio de flexão convencional: existem menos problemas com o alinhamento das peças em relação ao dispositivo de fixação, em muitos casos a produção das amostras é mais fácil, a área da tensão máxima de ruptura é medida a partir das bordas da amostra (onde geralmente são encontrados os defeitos) e o procedimento de ensaio pode ser facilmente miniaturizado (BÖRGER, SUPANCIC, DANZER, 2004). A Figura 4 (a) representa a geometria do dispositivo utilizado para o ensaio B3B, onde o disco fica entre 3 esferas superior e uma inferior (ou vice-versa), (b) a relação entre o raio do disco,  $R$ , com o raio de apoio entre as 3 esferas,  $R_c$ , e (c) um exemplo de tensões na parte de tração do disco que varia de 0% até 100% da carga aplicada para uma situação de carregamento típico.

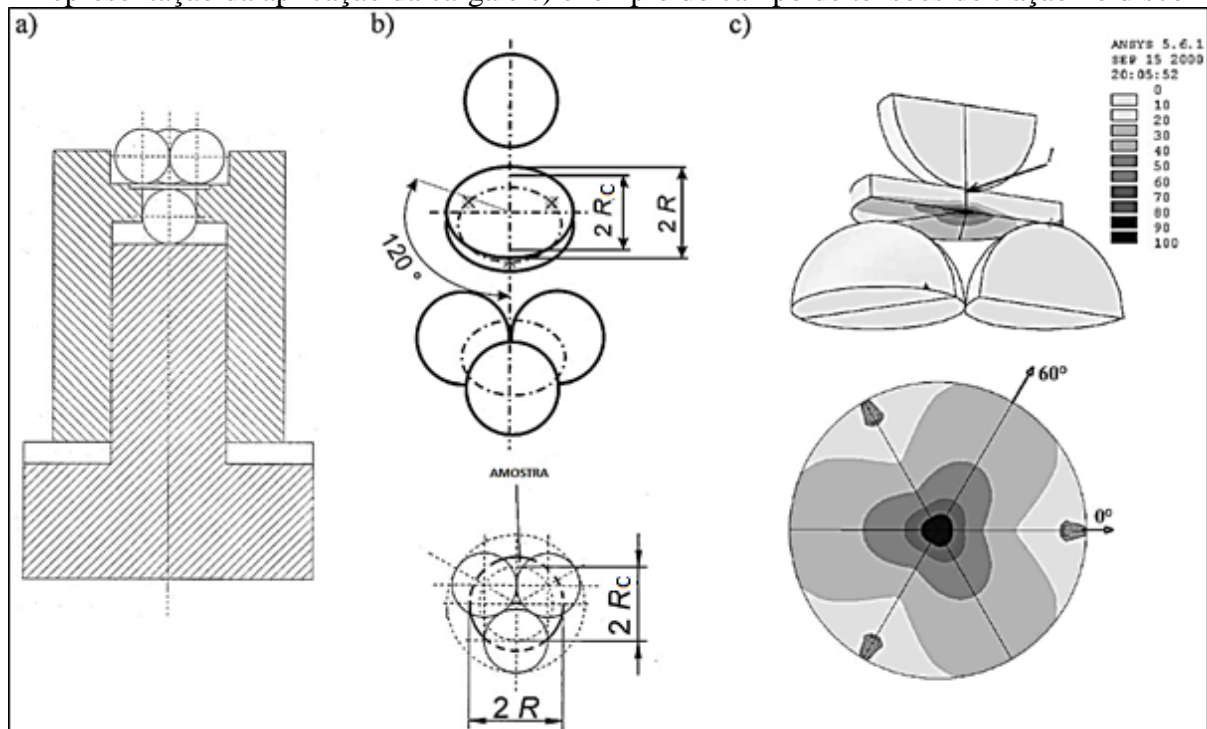
Neste tipo de ensaio, o campo de tensão no disco depende das constantes elásticas das esferas de apoio e da carga, do módulo de elasticidade do material analisado, do coeficiente de *Poisson* e a amplitude do campo de tensão que é proporcional à carga aplicada, onde é calculada através de um fator adimensional,  $f$ . A tensão máxima de ruptura,  $\sigma_{m\acute{a}x}$ , é proporcional à força aplicada,  $F$ , e indiretamente proporcional ao quadrado da espessura do disco,  $t$ , e é dada pela Equação 2 (BÖRGER, SUPANCIC, DANZER, 2001 e 2004).

$$\sigma_{m\acute{a}x} = f \frac{F}{t^2} \quad (2)$$

O fator  $f$  é adimensional, e é calculado através da Equação 3, onde leva em consideração o coeficiente de Poisson da amostra,  $\nu$ , o raio de apoio,  $R_c$  e a espessura do corpo de prova,  $t$ .



Figura 4 - Ensaio de flexão de esfera sobre três esferas: a) dispositivo para ensaio, b) representação da aplicação da carga e c) exemplo do campo de tensões de tração no disco



Fonte: Adaptado de Börger, Supancic, Danzer (2001 e 2004).

$$f = \left\{ (1 + \nu) \left[ 0,485 \ln \left( \frac{R_c}{t} \right) + 0,52 \right] + 0,48 \right\} \quad (3)$$

O raio de apoio,  $R_a$ , é determinado pelo raio das esferas,  $R_b$ , quando as três esferas se tocam e formam um triângulo de lados iguais, Figura 4(b). A Equação 4 apresenta o cálculo para obtenção do raio de apoio da amostra em relação às esferas.

$$R_c = \frac{2\sqrt{3}}{3} R_b \quad (4)$$

### 2.1.3 Tratamento Estatístico para Avaliar o Desempenho Mecânico de Cerâmicos

Os materiais cerâmicos são frágeis e peças nominalmente idênticas podem exibir grandes variações de resistência à ruptura, especialmente se as dimensões das amostras forem grandes, ou seja, a probabilidade é maior da população de defeitos. Quando esses materiais são empregados em situações de sollicitação mecânica, o projetista deve assegurar que a probabilidade de ruptura seja aceitavelmente baixa. Tipicamente, baseado em dados de laboratório obtidos com um número limitado de corpos de prova, carregados sob flexão, o

projetista deve calcular a probabilidade de fratura para componentes estruturais de diferentes tamanhos e geometrias submetidas a situações de carregamento complexas. A ferramenta para efetivar essa meta é a estatística da fratura (ZANOTTO, 1991).

Em razão das variações na distribuição de tamanho e localização das descontinuidades que podem levar a fratura, à resistência de materiais frágeis não é gaussiana, mas dada pela distribuição estatística de Weibull. Trata-se de uma distribuição estatística que modela melhor a dispersão dos valores da resistência a ruptura nos materiais frágeis, resultante da aleatoriedade dos tamanhos de descontinuidades. Esse comportamento decorre da existência de defeitos com tamanho crítico suficiente para fraturar a peça, tal como o elo mais fraco de uma corrente (ASKELAND, 2008).

A distribuição de Weibull descreve a fração das amostras que fraturam em diferentes tensões aplicadas. Sob baixas tensões, apenas uma pequena parte das amostras contém defeitos grandes o suficiente para fraturar. Assim, a maioria fratura com uma tensão intermediária. Por outro lado, algumas amostras contêm apenas descontinuidades muito pequenas e só fraturam com uma grande tensão aplicada. De todo modo, é sempre preferível uma distribuição estatística bastante estreita, a fim de se obter confiança do comportamento esperado.

Segundo a estatística de Weibull a probabilidade de sobrevivência,  $P(V_0)$ , é dada pela Equação 5 (ASKELAND, 2008).

$$P(V_0) = \exp \left[ - \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right], \text{ onde:} \quad (5)$$

$m$  = Módulo de Weibull;

$\sigma$  = Tensão aplicada na peça;

$\sigma_u$  = Tensão quando a probabilidade de falha é nula (MPa), ou seja, a probabilidade de sobrevivência é 1,0.

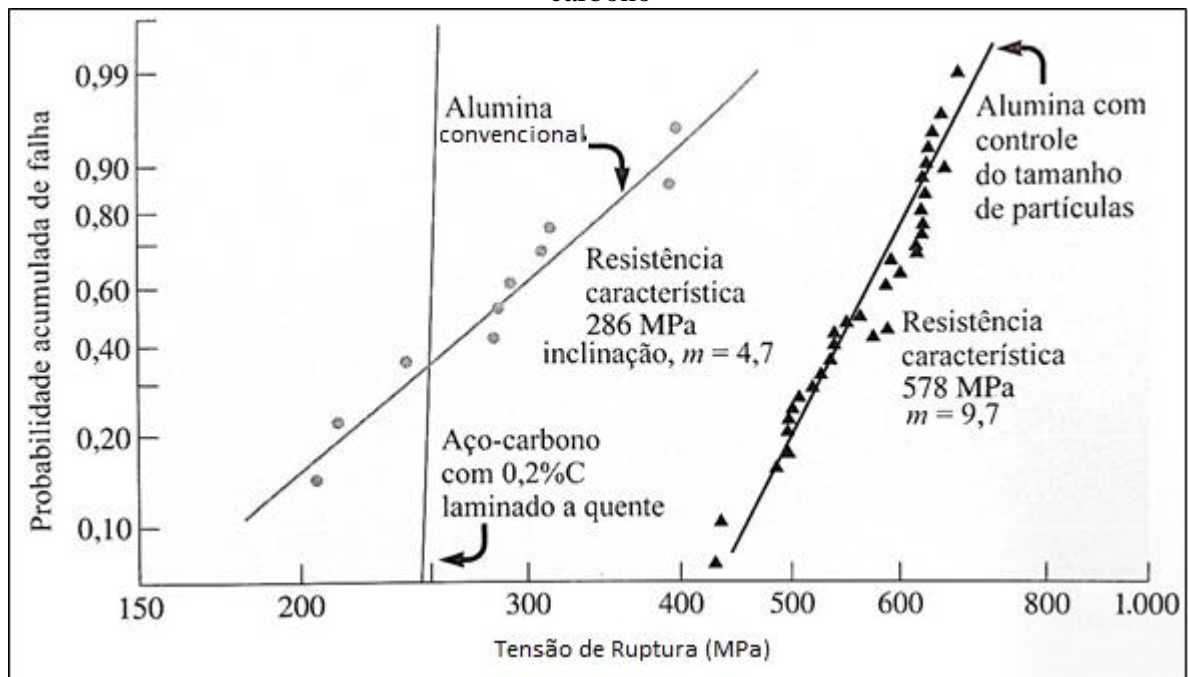
$\sigma_0$  = Resistência média ou resistência característica de Weibull (MPa).

A probabilidade de falha  $F(V_0)$ , que é o complemento da probabilidade de sobrevivência, pode ser expressa pela Equação 6.

$$F(V_0) = 1 - P(V_0) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0} \right)^m \right] \quad (6)$$

O módulo de Weibull,  $m$ , pode variar de 0 a  $\infty$ . É a medida da dispersão do parâmetro medido de um material, que neste caso, é a resistência mecânica. Nos metais e ligas, esse módulo é aproximadamente 100, enquanto nas cerâmicas tradicionais, como tijolos e xícaras, ele é inferior a 3 (Figura 5). As cerâmicas avançadas, cujo processamento é bastante rigoroso e, por conseguinte, resulta num número de descontinuidades menor, tem um módulo de Weibull maior, entre 5 e 10, Figura 5, (ASKELAND, 2008).

Figura 5 - Probabilidade de falha de amostras sob tensão com a distribuição de Weibull. Os materiais são duas aluminas produzidas por dois métodos diferentes e um aço de baixo teor de carbono



Fonte: Adaptado de Askeland (2008)

No caso das cerâmicas e outros sólidos frágeis, pode-se adotar  $\sigma_u = 0$ . Ou seja, a probabilidade de sobrevivência para um material cerâmico nunca será 100%.

Quando  $\sigma = \sigma_0$  a probabilidade de sobrevivência torna-se aproximadamente 37%.

#### 2.1.4 Acabamento Superficial (Rugosidade)

Medidas de rugosidade caracterizam a qualidade superficial dos materiais. Quanto pior o acabamento superficial da peça, maiores concentradores de tensão serão encontrados. É fundamental, portanto, para muitas peças, a especificação do acabamento de superfícies, através da rugosidade superficial.

Os principais critérios que avaliam a rugosidade em função da amplitude ou da altura das irregularidades são: (SANTOS JÚNIOR, 1985).

- Comprimento de amostragem (*cut-off*);
- Linha média ( $L_M$ );
- Desvio médio aritmético ( $R_a$ );
- Altura Máxima das irregularidades ( $R_{max}$ ,  $R_y$  ou  $R_t$ );
- Altura das Irregularidades ( $R_{z-DIN}$  ou  $R_{z-ISO}$ ).

#### 2.1.4.1 Comprimento de Amostragem (*cut-off*)

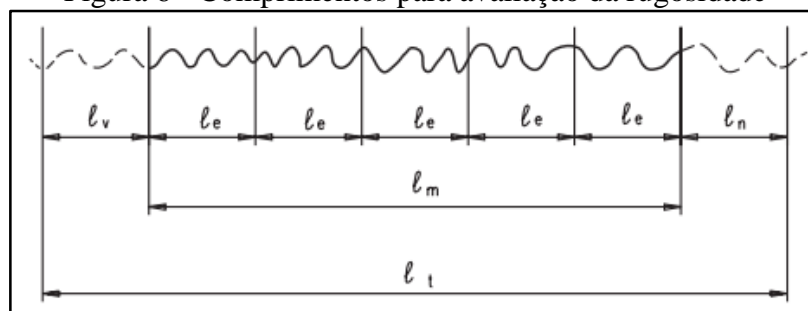
Tomando-se um perfil efetivo de uma superfície num comprimento  $l_m$ , comprimento total de avaliação, chama-se o comprimento  $l_e$  de comprimento de amostragem (ISO 4287:1997).

O comprimento de amostragem dos aparelhos eletrônicos, chamado de *cut-off* ( $l_e$ ), não deve ser confundido com a distância total ( $l_t$ ) percorrida pelo apalpador sobre a superfície, Figura 6.

A norma ISO recomenda que os rugosímetros devam medir cinco comprimentos de amostragem e devem indicar o valor médio.

A distância percorrida pelo apalpador,  $l_t$ , deverá ser igual a  $5l_e$  mais a distância para atingir a velocidade de medição,  $l_v$ , e para a parada do apalpador,  $l_n$ .

Figura 6 - Comprimentos para avaliação da rugosidade

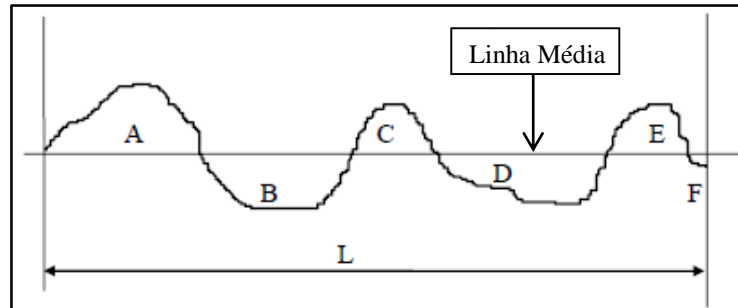


Fonte: Santos Júnior, 1985.

#### 2.1.4.2 Linha Média ( $L_M$ )

É a linha paralela à direção geral do perfil, no comprimento de amostragem, colocada de tal modo que a soma das áreas superiores entre ela e o perfil seja igual à soma das áreas inferiores entre ela e o perfil, Figura 7, Equação 7, (SANTOS JUNIOR, 1985).

Figura 7 - Linha Média



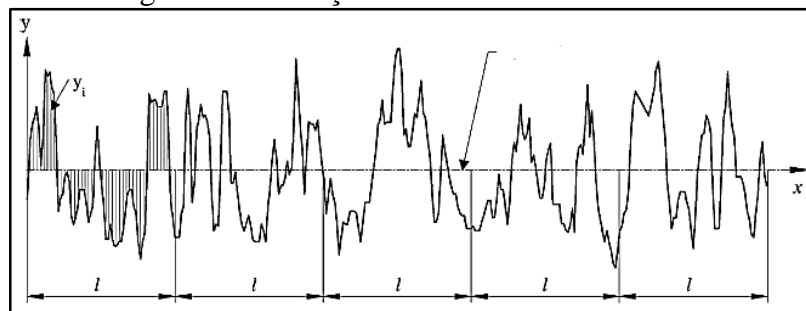
Fonte: adaptado de Santos Júnior, 1985.

$$A + C + E = B + D + F \quad (7)$$

#### 2.1.4.3 Desvio Médio Aritmético ( $R_a$ )

É a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas ( $y$ ) do perfil efetivo em relação à linha média ( $L_M$ ), Figura 8, Equação 8, (GADELMAWLA, 2002).

Figura 8 - Definição da altura média aritmética



Fonte: Gadelmawla, 2002.

$$R_a = \frac{1}{l} \int_0^l |y(x)| dx = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |y_i| \quad (8)$$

Segundo a norma ISO 4288:1996, são recomendados valores para o comprimento da amostragem, Tabela 4.

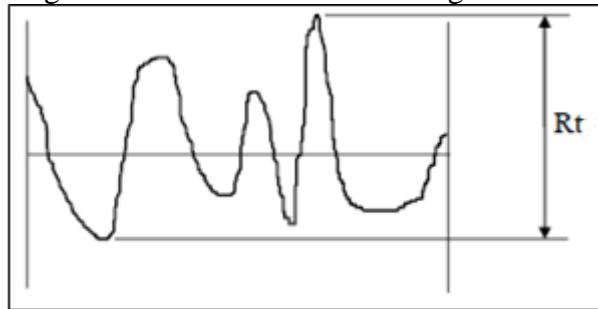
Tabela 4 - Valores de <i>cut-off</i> recomendados	
Rugosidade $R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	Mínimo comprimento de amostragem ( <i>cut-off</i> ) (mm)
$0 \leq R_a \leq 0,1$	0,25
$0,1 < R_a \leq 2,0$	0,80
$2,0 < R_a \leq 10,0$	2,50
$R_a > 10,0$	8,00

Fonte: adaptado de ISO 4286:1996

#### 2.1.4.4 Altura Máxima das Irregularidades ( $R_{m\acute{a}x}$ , $R_y$ ou $R_t$ )

É a distância entre duas paralelas a linha média  $L_M$  que passem pelos pontos mais alto e mais baixo do perfil efetivo, num determinado comprimento de amostragem. O valor de  $R_y$ ,  $R_{max}$ , é o valor de  $R_t$  no valor medido, Figura 9, (SANTOS JÚNIOR, 1985).

Figura 9 - Altura máxima das irregularidades



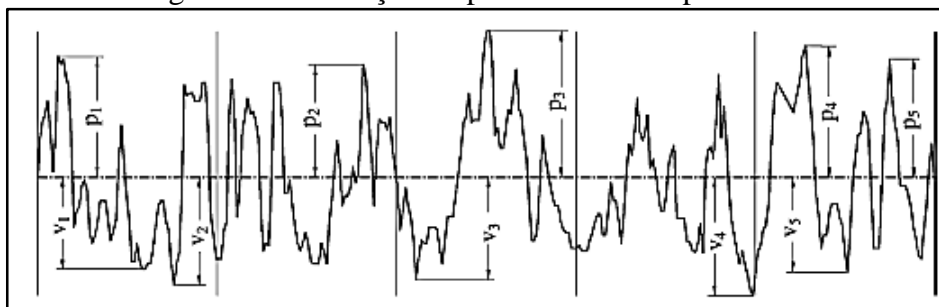
Fonte: Adaptado de Santos Júnior, 1985

#### 2.1.4.5 Altura das Irregularidades ( $R_z$ – DIN/ISO)

Este parâmetro é mais sensível a altos picos ocasionais ou vales profundos do que  $R_a$ . É definido por dois métodos. O sistema internacional ISO define esse parâmetro como a diferença de altura entre as médias de cinco maiores e os mais baixos vales ao longo do comprimento de avaliação do perfil.

A norma do sistema alemão DIN define  $R_z$  como a média da soma dos cinco picos mais altos e os cinco vales mais profundos ao longo do comprimento da medida do perfil. A Figura 10 mostra a definição do parâmetro de altura de 10 pontos. A Equação 9 define matematicamente o  $R_z$  para a norma ISO e a Equação 10 define para a norma DIN.

Figura 10 - Definição do parâmetro de 10 pontos de altura



Fonte: Gadelmawla, 2002

$$R_{z(ISO)} = \frac{1}{n} \left( \sum_{i=1}^n p_i - \sum_{i=1}^n v_i \right) \quad (9)$$

$$R_{z(DIN)} = \frac{1}{2n} \left( \sum_{i=1}^n p_i + \sum_{i=1}^n v_i \right) \quad (10)$$

## 2.2 PROCESSAMENTO DE MATERIAIS CERÂMICOS

A metalurgia do pó é a técnica metalúrgica que consiste em transformar pós cerâmicos, metálicos, metaloides ou ligas metálicas e, às vezes substâncias não metálicas em peças resistentes e de diferentes geometrias, sem que o material precise ser fundido para sua conformação, mas apenas utilizando pressão e calor. A operação de aquecimento, onde a peça cerâmica atinge propriedades desejáveis, realizada em condições controladas de temperatura, tempo e atmosfera é chamada de sinterização.

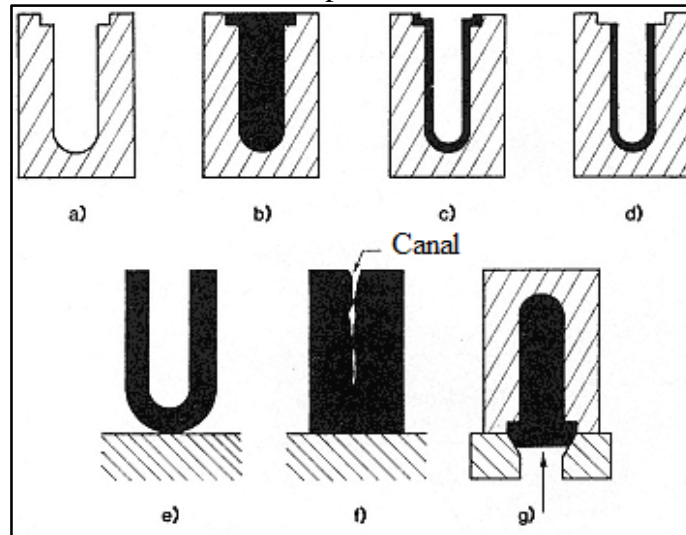
Estes materiais podem ser processados por colagem, prensagem, moldagem por injeção, extrusão (REED, 1995) ou prototipagem. A maioria dos materiais cerâmicos cristalinos são obtidos através da manipulação de pós inorgânicos micrométricos.

### 2.2.1 Colagem

A colagem de barbotina é um processo antigo, mas ainda é muito utilizado devido ao seu baixo custo, simplicidade e pelas excelentes propriedades mecânicas das peças sinterizadas. É normalmente descrito como a consolidação de partículas cerâmicas de uma suspensão coloidal, através da remoção da parte líquida, por um molde absorvente, Figura 11, (REED, 1995).

Em outras palavras, na suspensão (barbotina) a parte líquida, geralmente água, é retirada por meio de um molde poroso, normalmente gesso. Quando a água é absorvida pelo molde, ocorre a aproximação das partículas de pó, em suspensão na água, na superfície do molde. Após a formação da parede com a espessura desejada, o eventual excedente de barbotina pode ser drenado, deixando-se o que resta de água na parede formada ser absorvido pelo molde, quando então temos a peça a verde (ZORZI, 1996).

Figura 11 - Colagem de barbotina (*drain casting*). a) O molde poroso é b) preenchido com barbotina; c) depois de um tempo o excesso é drenado e d) a peça é aparada. Se deixado em repouso por um longo tempo, pode-se produzir e) uma peça espessa ou mesmo f) uma peça sólida. g) Na colagem sob pressão (*slip pressure casting*), a suspensão é bombeada através do molde polimérico.



Fonte: Adaptado de Reed (1995)

Entre as vantagens deste método temos a obtenção de formas relativamente complexas, com paredes finas e uniformes, economia em pequenas produções e moldes mais baratos (CATAFESTA, et al., 2007).

### 2.2.2 Prensagem

Prensagem é a compactação simultânea e moldagem de um material em pó ou granular confinado numa matriz rígida ou um molde flexível, Figura 12, (REED, 1995). A operação compreende três etapas ou fases: preenchimento da cavidade do molde, compactação da massa e extração da peça.

Esse processo é muito usado para fabricação de placas cerâmicas como pisos e azulejos. É bastante utilizado na indústria cerâmica devido a sua elevada produtividade, facilidade de automação e capacidade de produzir peças de tamanhos e formas variadas, sem contração de secagem e com baixa tolerância dimensional (ALBERO, 2000).

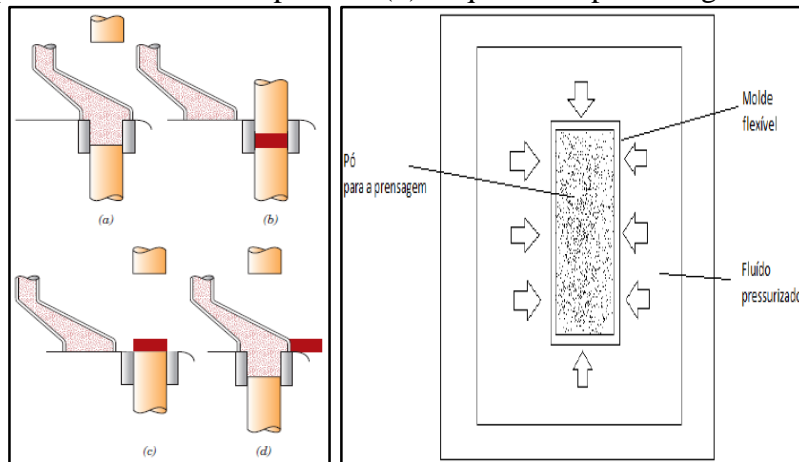
Distinguem-se duas grandes modalidades de prensagem: a prensagem uniaxial e a prensagem isostática, Figura 12.

Na prensagem uniaxial, a compactação do pó se realiza em uma matriz rígida, por aplicação de pressão na direção axial, através de punções rígidos. É utilizada para conformar peças que não apresentam relevo superficial na direção de prensagem. Se a espessura da peça



que se deseja obter é pequena e sua geometria é simples, a carga pode ser aplicada em apenas um sentido (ação simples). Por outro lado, para conseguir peças de grande espessura e geometria complexa, com uniformidade de compactação, é indispensável que a prensagem seja feita nos dois sentidos (dupla ação), ou então que se empregue um molde complexo com múltiplos punções (ALBERO, 2000). A existência de gradientes de densidade é provocada pela fricção entre as partículas do pó e também pela fricção entre elas e a superfície do molde que impedem que a pressão aplicada na superfície seja uniformemente distribuída.

Figura 12 – (a) Etapas envolvidas em um processo de prensagem uniaxial de pós. a) A cavidade do molde é preenchida com o pó. b) O pó é compactado por meio de pressão aplicada na parte superior do molde. c) A peça compactada é ejetada pela ação de elevação do punção inferior. d) A sapata de enchimento empurra a peça compactada para fora do molde, e a etapa de enchimento é repetida e (b) Esquema de prensagem isostática



Fonte: Callister (2002) e McEntire, B. J. Norton (1991)

Na prensagem isostática, a compactação do pó se dá no interior de um molde flexível, sobre o qual atua um fluido pressurizado. Este procedimento assegura uma distribuição homogênea da pressão sobre a superfície do molde. É empregado na fabricação de peças de formas complexas, que apresentem relevos em duas ou mais direções, ou em peças onde uma das dimensões é muito maior que as demais, como no caso de tubos e barras (ALBERO, 2000).

### 2.2.3 Moldagem por Injeção (MPI)

A moldagem por injeção foi primeiramente aplicada a polímeros que fundiam ao serem aquecidos.

A partir da década de 30 do século passado, surgiu a moldagem por injeção de pó (PIM – *Powder Inject Molding*), que é um método capaz de fabricar peças de cerâmica ou de

metal com formas complexas. Esta tecnologia vem atraindo empresas devido à suas características tais como: precisão e acabamento superficial, baixos custos em grandes produções, flexibilidade de forma e materiais (GERMAN; BOSE, 1997).

A moldagem por injeção pode utilizar baixa ou alta pressão. O processo que utiliza alta pressão é conhecido como convencional, onde utiliza-se o mesmo tipo de injetora para injeção de plásticos. O pó cerâmico é misturado a um polímero fundido e é granulado. O processo de baixa pressão utiliza ar comprimido na injeção e não um pistão como na moldagem em alta pressão. Neste caso, o sistema ligante é à base de ceras e polímeros com baixo ponto de fusão, sendo que a mistura é geralmente feita na própria injetora e injetada a pressões e temperaturas relativamente baixas (ZORZI, 2001).

A moldagem pode resultar em um encolhimento anisotrópico na sinterização e conseqüentemente componentes empenados. Portanto, partículas simétricas que não se orientam na moldagem são mais desejadas. Muitos pós têm sido avaliados possibilitando uma definição genérica do pó ideal, resumido no Quadro 1. Essa definição representa um balanço entre vários fatores que abrangem desde atributos reológicos (forma da partícula e distribuição de tamanho), resposta de sinterização (tamanho e microestrutura da partícula e densidade de empacotamento), molhabilidade do ligante (condição de superfície), mistura (forma e tamanho da partícula), taxa de remoção do ligante (tamanho, forma e empacotamento das partículas) até a moldagem (forma e distribuição de tamanho da partícula) (GERMAN; BOSE, 1997).

Quadro 1 - Definição genérica do pó ideal para moldagem de pós por injeção.

Tamanho de partícula entre 0,5 e 20 $\mu\text{m}$ com D50 entre 4 e 8 $\mu\text{m}$
Para distribuição do tamanho de partícula muito ampla ou muito estreita, com razão de tamanho entre 2 e 8 $\mu\text{m}$
Densidade aparente abaixo de 50% da teórica
Sem aglomeração
Quase esférico, simétrico em uma proporção um pouco acima da unidade, tipicamente perto de 1,2
Partículas densas livres de espaços internos
Baixa explosão e perigo de toxicidade
Superfície de partícula limpa
Segregação mínima

Fonte: Adaptado de German; Bose (1997)

Algumas características e efeitos importantes do pó estão citadas na Quadro 2.

Quadro 2 - Resumo das vantagens e desvantagens das características do pó na MPI.

<b>Característica</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Partículas pequenas	Sinterização mais rápida	Remoção do ligante mais lenta
		Custo elevado
	Defeitos menores de moldagem	Mais contaminação
		Maior encolhimento na sinterização
	Retenção de forma	Viscosidade da mistura maior
		Mais aglomeração
Forma esférica	Densidade de empacotamento mais elevada	Menor resistência
	Menor viscosidade da mistura	Afundamentos no componente durante a remoção do ligante
	Fluxo do <i>feedstock</i> melhorado	Custo maior
Distribuição do tamanho de partícula polidispersa	Densidade de empacotamento mais elevada	Mais problemas de qualidade
		Mistura não homogênea
	Menor encolhimento na sinterização	Remoção do ligante mais lenta
		Mais propenso à segregação por tamanho

Fonte: Adaptado de German; Bose (1997)

### 2.2.3.1 Processo de moldagem por injeção a baixa pressão (LPIM<sup>1</sup>)

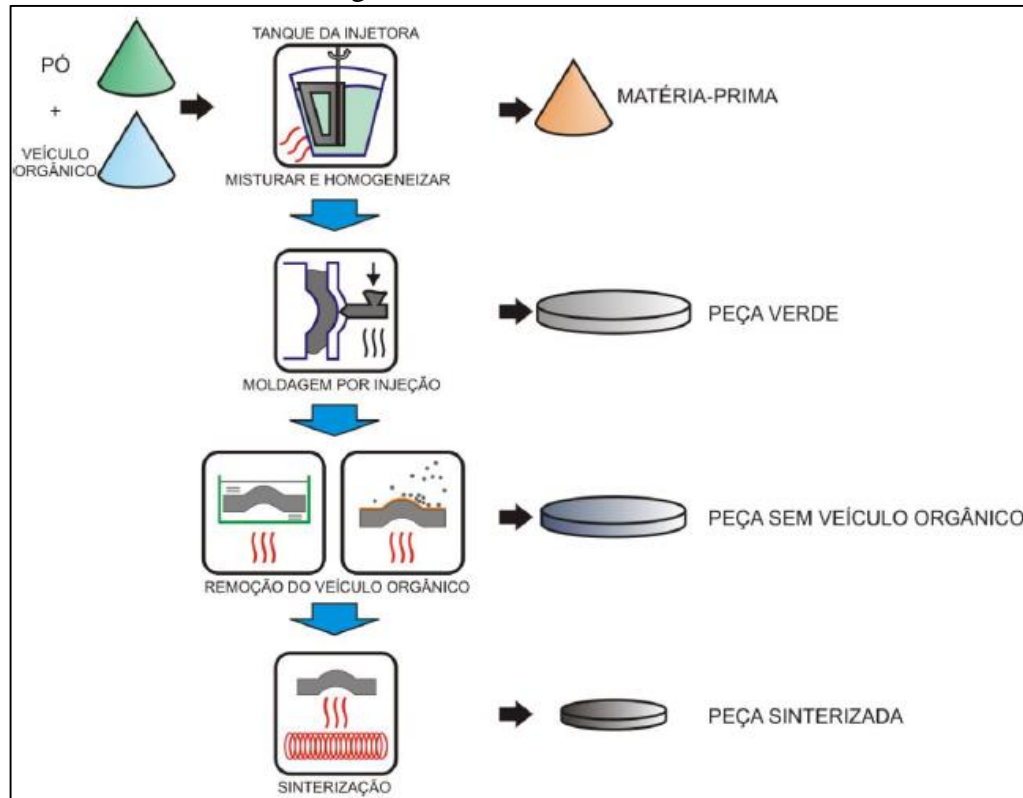
O processo de moldagem por injeção é um processo relativamente de baixo custo devido às baixas pressões e temperaturas utilizadas para a injeção de cerâmicas e seus ligantes. Esses ligantes são materiais onde o ponto de fusão é baixo, como por exemplo, a parafina. A Figura 13 apresenta resumidamente os processos de LPIM, onde, primeiramente é feita a mistura do material cerâmico com os ligantes, seguido de homogeneização, injeção, posteriormente a remoção dos ligantes e finalmente a sinterização para conferir ao material a resistência mecânica desejada.

Os pós cerâmicos, como a alumina, são misturadas a um veículo orgânico, geralmente é à base de ceras, como por exemplo, a parafina e cera de polietileno. O material é misturado na própria injetora com a temperatura maior que o ponto de fusão do veículo orgânico, apresentando viscosidade suficientemente baixa para posteriormente fluir para a cavidade do

<sup>1</sup> Do inglês : Low Pressure Injection Molding

molde. Depois da homogeneização é feito vácuo para que sejam eliminados princípios de bolhas de ar.

Figura 13 - Processo de LPIM



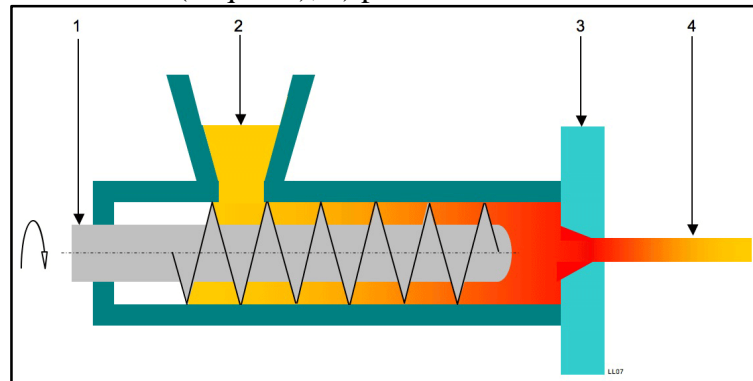
Fonte: Adaptado de Moritz, Lenk (2009)

Através da pressão do ar comprimido o *feedstock* (suspensão) é forçado através de um orifício que conduz a cavidade do molde, onde o material é compactado. As temperaturas de injeção para composições a base de cera podem variar de acordo com o material ligante adicionado, aproximadamente 90°C é o utilizado nessas ocasiões e pressões que variam de 0,3 MPa e 1 MPa. Assim, podem-se utilizar equipamentos simples e de baixo custo. Após a injeção e a solidificação da peça no molde (que pode ser metálico) é retirada e obtida a peça a verde. A peça passa por tratamentos de remoção dos ligantes e após é sinterizada, onde são adquiridas as propriedades desejadas.

## 2.2.4 Extrusão

A extrusão de cerâmicos é a moldagem forçada de um *feedstock* através do orifício de uma matriz rígida. A plasticidade do material é produzida usando ligante de argila (a base d'água), um ligante polimérico orgânico, ou uma mistura dos dois tipos (REED, 1995). Na Figura 14, é apresentado um esquema de uma extrusora típica.

Figura 14 - Esquema do processo de extrusão. 1) rosca sem fim; 2) alimentador; 3) matriz (boquilha); 4) produto extrudado



Fonte: Wikipédia (2014)

É uma técnica de conformação muito produtiva utilizada para a produção em massa de produtos que variam de poucas gramas até 1 tonelada. Alguns exemplos de produtos feitos através da extrusão são os tijolos e telhas, refratários, tubos de proteção para termopares, tubos de fornos, catalisador e tubos de cerâmica transparente para lâmpadas. Essas matérias podem ser extrudadas a uma espessura  $<1$  mm.

### 2.2.5 Prototipagem

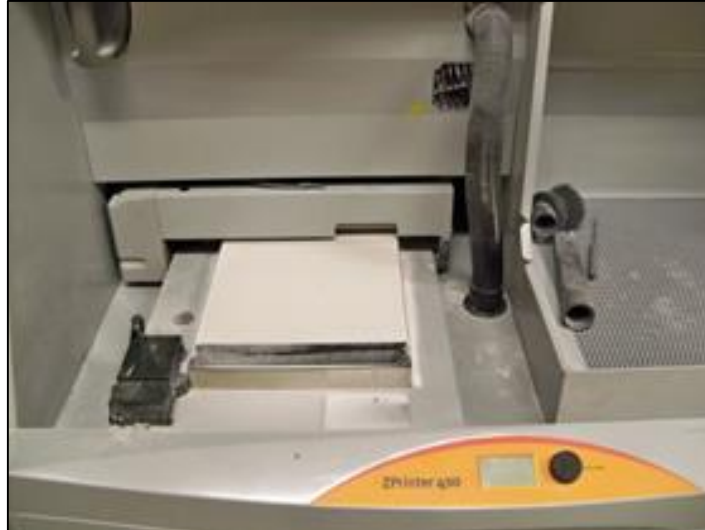
Os processos de prototipagem rápida (RP, *Rapid Prototyping*), ou processo de manufatura por adição de camadas que também são conhecidos por “impressão 3D”, são bastante difundidos nos dias de hoje. Eles permitem fabricar modelos físicos tridimensionais 3D diretamente a partir de um desenho em CAD. Os modelos são construídos por camadas, não havendo necessidade de utilização de outros tipos de ferramentas. Através das técnicas de RP permitem a fabricação de geometrias impossíveis de serem obtidas pelos processos de fabricação convencionais (HAGUE, MANSOUR, SALEH, 2003).

As tecnologias podem ser classificadas em três categorias, de acordo com o estado inicial da matéria-prima:

- a) Baseado em líquido: impressão por jato de tinta (IJP), Estereolitografia (SL);
- b) Baseado em sólido: fusão e deposição (FDM), manufatura laminar de objetos (LOM), tecnologias com lâminas de papel (PLT);
- c) Baseado em pó: sinterização seletiva a laser (SLS), sinterização a laser (EOSINT), impressão tridimensional (3DP).

Os processos utilizados para cerâmica são aqueles baseados em pó. A Figura 15 apresenta uma impressora ZPrinter onde a matéria prima utilizada é o gesso.

Figura 15 - Equipamento de prototipagem



Fonte: Autor (2014)

### 2.3 REMOÇÃO DE LIGANTES E SINTERIZAÇÃO

Após a moldagem, o próximo passo é a remoção dos ligantes adicionados no *feedstock* e a sinterização das peças. A remoção do veículo orgânico se torna de extrema importância, pois, qualquer defeito criado na etapa de remoção, fará com que a peça não sobreviva à sinterização. Quanto mais espessas as peças, mais difícil à remoção, podendo levar dias e talvez algumas semanas.

Existem várias técnicas de retirada do veículo orgânico do *feedstock* divididas em: química e térmica como está resumida no Quadro 3. As técnicas possuem vantagens e desvantagens.

Quadro 3 - Comparação entre algumas técnicas de remoção de ligantes

<b>Técnica</b>	<b>Aspectos Chave</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Remoção por solvente	Componente imerso no solvente para extrair a maior fase do ligante via dissolução + vapor	O componente permanece rígido sem a necessidade de reações químicas, abrindo canais nos poros para a subsequente degradação do polímero estrutural	Solvente perigoso, preocupações ecológicas com manuseio químico, secagem essencial para aquecimento e sinterização
Extração supercrítica	Aquecer o componente em atmosfera contendo catalisador para despolimerizar continuamente o ligante	Processo rápido que funciona em seções de diferentes espessuras com excelente retenção da forma e elevada automação	Possível perigo com ácidos especiais, catalisadores e produtos de decomposição
Remoção térmica	Aquecer lentamente o componente em sistema de baixa pressão para degradação do ligante em produtos voláteis	Processo de uma etapa, elimina manuseio entre retirada do ligante e sinterização	Ligante fundido provoca deformações (empenamento), elevado custo de equipamento, baixas taxas de extração, possível contaminação das peças e forno
Remoção catalítica	Aquecer o componente em atmosfera contendo catalisador para despolimerizar continuamente o ligante	Processo rápido que funciona em seções de diferentes espessuras com excelente retenção da forma e elevada automação	Possível perigo com ácidos especiais, catalisadores e produtos de decomposição
Remoção capilar ( <i>wicking</i> ou leito de pó)	Aquecer o componente sobre um substrato poroso, que absorve o ligante fundido	Taxa inicial rápida, aplicável a uma ampla gama de ligantes, fácil controle	Possível distorção devido às etapas múltiplas de manuseio e separação entre a peça e o substrato

Fonte: Adaptado de German; Bose (1997)

### 3. MATERIAIS E MÉTODOS

A proposta deste trabalho fundamenta-se na determinação da confiabilidade e desempenho de aluminas obtidas através da moldagem por injeção à baixa pressão.

Este capítulo descreve procedimento experimental desenvolvido, quais os materiais empregados e quais os métodos utilizados para obtenção dos resultados.

Com a intenção de aumentar a confiabilidade mecânica encontrada por THOMAZI (2014), foram utilizados os mesmos padrões (parâmetros de injeção, dimensão da peça, temperatura de sinterização e mesmo método para obtenção da tensão de ruptura). Foi preparada uma nova suspensão de alumina, um novo molde metálico e uma nova ferramenta para os ensaios mecânicos.

#### 3.1 SUSPENSÃO CERÂMICA

A suspensão utilizada neste trabalho foi desenvolvida por ZORZI (2001), que também foi utilizada em diversos trabalhos subsequentes, como: ANDREOLA (2007), BARBIERI (2011), COSTA et. al (2012), OURIQUE (2012) e THOMAZI (2014). O *feedstock* é composto por 86% em peso de alumina, ou 55% em volume – Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (A1000 SG – Almatís) submicrométrica, 99,8% de pureza, área superficial do pó de 8,4 m<sup>2</sup>/g, D<sub>50</sub> = 0,4 µm e densidade sinterizada a 1540 °C de 3,85 g/cm<sup>3</sup>. Os outros 14% em peso são de veículos orgânicos apresentados na Tabela 5. As quantidades totais do *feedstock* estão apresentadas na Tabela 6.

Tabela 5 - Veículo orgânico (14% em peso do *feedstock*)

<b>Material</b>	<b>Fornecedor</b>	<b>% Peso</b>
Parafina 120/125	Petrobrás	75
Parafina microcristalina 170	Ipiranga	10
Cera de Carnaúba	Farma Química	10
Ácido Oleico	Lefan Química Fina LTDA	3
Ácido Esteárico	Vetec Química Fina LTDA	2

Fonte: Costa, et al (2012)

Os componentes utilizados como veículo orgânico foram pesados em uma balança semi-analítica da marca Gehaka, modelo BK 4000, com precisão de 0,01 g e colocados no

<sup>2</sup> Dados do fabricante



tanque da injetora semi-automática marca Peltsman, modelo MIGL-33 para serem fundidos a temperatura de 90°C. Após o material fundir, aproximadamente 40 min, o pó de alumina A 1000SG, já seco em estufa da marca TECNAL, modelo TE-394/2 a 120°C por 24 h foi adicionado no tanque da injetora. A mistura foi realizada na própria injetora. O tempo de mistura foi de 20 h.

Tabela 6 - Componentes totais do *feedstock*

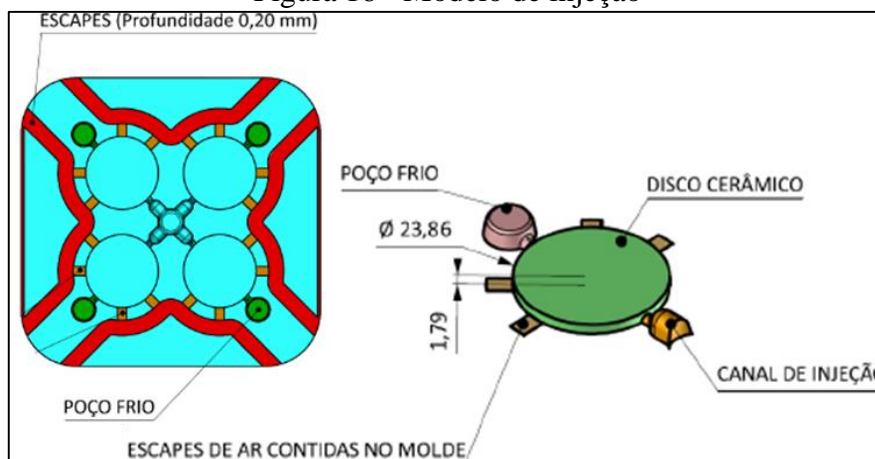
Material	% em peso	% em volume
Alumina	86	55
Parafina	10,5	33,75
Parafina Microcristalina	1,4	4,5
Cera Carnaúba	1,4	4,5
Ácido Oleico	0,42	1,35
Ácido Esteárico	0,28	0,9

Fonte: THOMAZI (2014)

### 3.2 GEOMETRIA DOS INJETADOS

A geometria utilizada foi a mesma apresentada por THOMAZI (2014) com o intuito de verificar a diferença na confiabilidade de peças injetas mudando-se o acabamento superficial do molde e o pó para *debinding*. Foi confeccionado um novo molde devido o molde apresentado por THOMAZI (2014) conter defeitos, como riscos profundos nas cavidades, não apresentar as cavidades espelhadas e ausência de recobrimento superficial de politetrafluoretileno (*Teflon*<sup>®</sup> da DuPont) em uma das cavidades do molde. O modelo de injeção e a geometria do corpo de prova estão apresentados esquematicamente na Figura 16. A Figura 17 apresenta os moldes confeccionados.

Figura 16 - Modelo de injeção



Fonte: THOMAZI (2014)

Figura 17 - a) cavidades polidas e b) recobertas com *Teflon*<sup>®</sup>



Fonte: Autor (2014)

### 3.3 MEDIDAS DE RUGOSIDADE

As medidas de rugosidade foram realizadas com um rugosímetro da marca Taylor-Hobson modelo Surtronic 3+. Foram realizadas medidas de rugosidade nas duas cavidades apresentadas por THOMAZI (2014), uma com *Teflon*<sup>®</sup> e outra sem o *Teflon*<sup>®</sup>. Para as cavidades utilizadas nesse trabalho foram realizadas também medidas de rugosidade antes da aplicação do *Teflon*<sup>®</sup> na cavidade com polimento espelhado e após a aplicação do *Teflon*<sup>®</sup>. A finalidade foi verificar a rugosidade final da superfície do molde de alumínio após a aplicação do *Teflon*<sup>®</sup>. A Figura 18 mostra uma das medições.

Figura 18 - Medição da rugosidade em uma das cavidades com *Teflon*<sup>®</sup>



Fonte: Autor (2014)

Para as medidas levou-se em consideração o valor de  $R_a$ ,  $R_y$  e  $R_z$ . O comprimento de amostragem utilizado para a cavidade com polimento foi de 0,25 mm e as demais medidas 0,8 mm.

### 3.3 PARÂMETROS DE INJEÇÃO

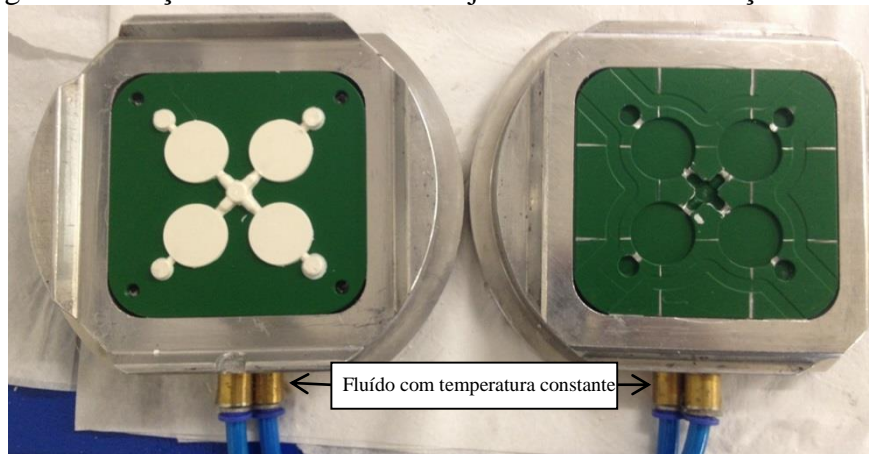
THOMAZI (2014) apresentou três diferentes rotas de injeção, variando a temperatura do molde de injeção e a velocidade de resfriamento. Neste trabalho é analisada apenas uma das condições de injeção, por não haver distorções geométricas nos discos cerâmicos após injeção, como concluído no trabalho de THOMAZI (2014). A condição de injeção utilizada foi aquela que possibilitou a obtenção das peças de forma mais rápida (ciclo total de injeção mais curto) e é apresentada na Tabela 7 com os parâmetros de injeção. A Figura 19 apresenta o molde com as peças injetadas.

Tabela 7 - Parâmetros de injeção das amostras

Temperatura da suspensão	Temperatura do molde	Sistema de resfriamento	Temperatura de extração	Pressão de injeção	Tempo de injeção
90°C	35°C	Fixa e contínua	35°C	380 kPa	12 s

Fonte: Autor (2014)

Figura 19 - Peças de alumina recém injetadas antes da extração do molde



Fonte: Autor (2014)

### 3.4 REMOÇÃO DOS LIGANTES E SINTERIZAÇÃO

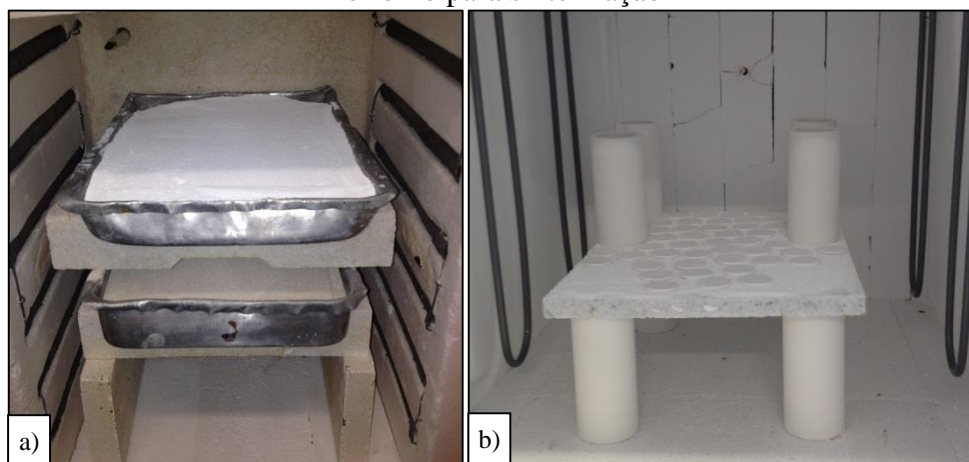
A remoção dos ligantes foi realizada pela técnica da remoção em leito de pó (*wicking*), mesma forma utilizada por ANDREOLA (2007), BARBIERI (2011), COSTA et. al (2012) e THOMAZI (2014). Nos trabalhos anteriores, o pó utilizado como leito foi o de alumina

A1000 SG. Tratava-se de um pó que já havia sido utilizado em outros processos de remoção e, portanto, era sempre reutilizado.

Para que o processo de remoção capilar realmente ocorra, é necessário que o pó utilizado como leito possua capilaridade inferior aos poros obtidos na peça injetada. Como o pó de alumina é relativamente fino, torna-se financeiramente inviável a utilização de outro pó com uma granulometria inferior para o processo de *wicking*. Então, foram utilizados dois diferentes leitos de pós com a alumina A1000 SG para o *debinding*. O primeiro leito foi aquele utilizado nos trabalhos anteriores (reciclado) e o segundo com pó virgem.

O processo da remoção dos ligantes e a pré-sinterização foram realizados em um forno Sanchis B CER com temperatura máxima de utilização de 1200°C, Figura 20 (a). Para a sinterização foi utilizado um forno da marca Termolab com temperatura máxima de utilização de 1700°C, Figura 50 (b). As rampas e patamares de aquecimento são mostrados na Figura 21 para cada processo. O resfriamento foi lento, dentro do forno.

Figura 20 - a) Remoção dos ligantes em leito de pó; e b) peças pré sinterizadas posicionadas no forno para sinterização

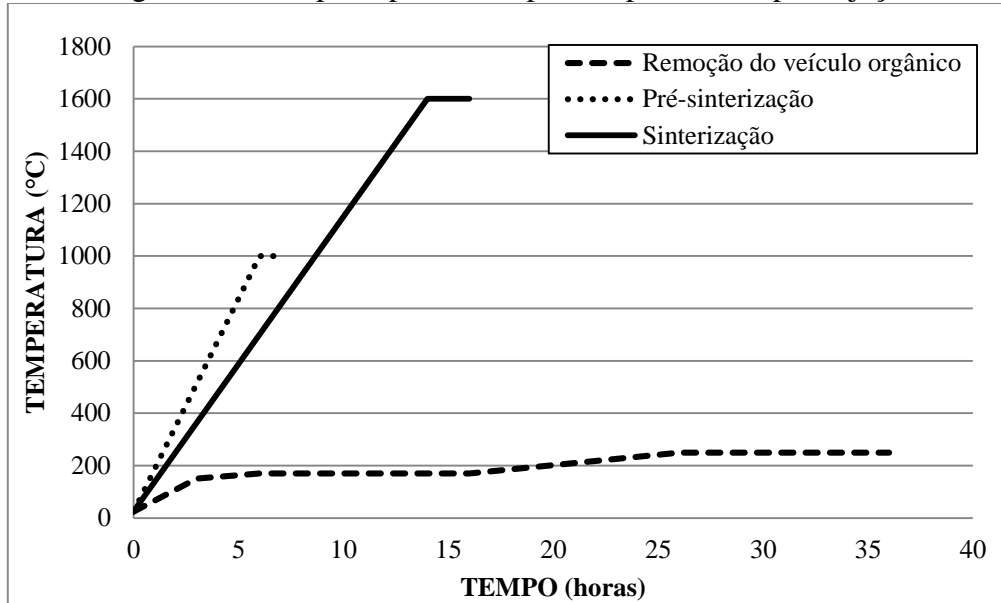


Fonte: Autor (2014)

Como o forno utilizado para a sinterização não foi o mesmo que o utilizado por THOMAZI (2014), a temperatura do forno utilizada nesse trabalho foi aferida com o auxílio de dois (02) PTCRs (*Process Template Control Rings*). Um deles foi posicionado na parte superior da mobília do forno e outro na parte inferior. As medidas resultaram em uma diferença de 35°C para a parte superior e 36°C para a parte inferior, quando comparadas com a temperatura ajustada no controlador. Portanto, as amostras neste trabalho foram sinterizadas a uma temperatura levemente maior, aproximadamente 2,2%, que aquelas referidas nos

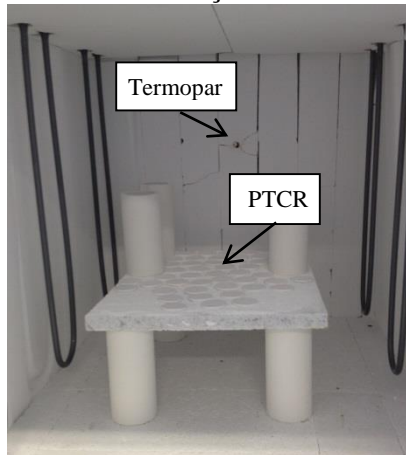
trabalhos anteriores. A Figura 22 mostra a mobília do forno, a posição do PTCR inferior e o termopar.

Figura 21 - Rampas e patamares para os processos após injeção



Fonte: Autor (2014)

Figura 22 – Câmara do forno de sinterização com mobília, peças injetadas e PTCR



Fonte: Autor (2014)

### 3.5 MEDIÇÕES

#### 3.5.1 Densidade

A densidade foi medida seguindo os procedimentos estabelecidos na norma ASTM C373-88 (2006). As amostras sinterizadas foram secas a temperatura de 110°C em estufa e medidas suas massas a seco,  $D$ , em balança da marca Shimadzu, modelo AUX220 com

precisão de 0,1 mg. A seguir as amostras foram colocadas em Becker de 500 mL, fervidas por 5 horas em água destilada e deionizada e deixadas por mais 24 horas submersas.

Com o dispositivo para medição de Arquimedes, Figura 23, foi medida a massa submersa,  $S$ . A medição da massa seca,  $D$  e a massa saturada,  $M$ , também foram realizadas.

O volume da amostra,  $V$ , em  $\text{cm}^3$ , é calculado conforme a Equação 11.

$$V = M - S \quad (11)$$

A densidade aparente da amostra,  $B$ , em  $\text{g}/\text{cm}^3$ , é calculada conforme Equação 12. O  $B$  deve ser multiplicado pela densidade da água,  $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ , de acordo com a temperatura da água utilizada no ensaio.

$$B = \frac{D}{V} \times \rho_{\text{H}_2\text{O}} \quad (12)$$

Figura 23 - Dispositivo de medição de Arquimedes para obtenção da massa submersa



Fonte: Autor (2014)

### 3.5.2 Resistência à flexão

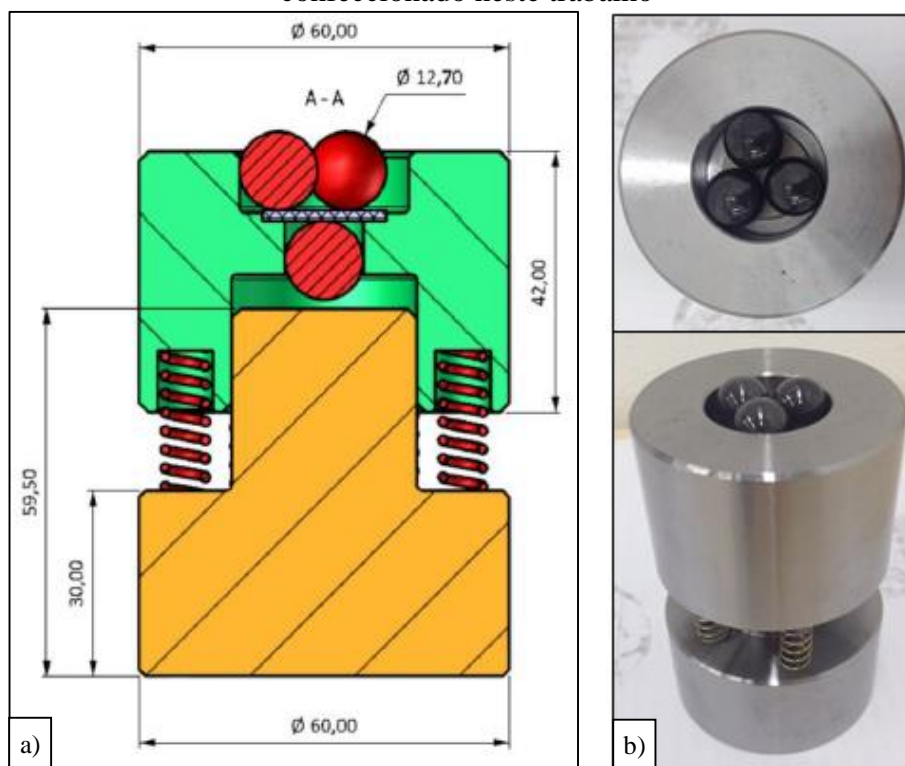
O método utilizado para obtenção da resistência à flexão foi o de uma esfera sobre três esferas (*Ball on three ball – B3B*), baseado nos artigos de BÖRGER, SUPANCIC, DANZER (2002 e 2004) e na dissertação de THOMAZI (2014). Este método é confiável e indicado para o ensaio de discos cerâmicos. Foi utilizada uma máquina de ensaios mecânicos da marca Emic,

modelo DL-2000, dotada com célula de carga de 500 N e velocidade de avanço de 1,3 mm/min.

O projeto do dispositivo para fixação das amostras foi desenvolvido por THOMAZI (2014), Figura 24, em aço ABNT 1045 sem tratamento térmico e com esferas de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) com diâmetro de 12,7 mm, Poisson de 0,22 e com módulo de elasticidade é 320 GPa, (inferior ao da alumina) pode ser utilizado devido a quantidade de 4 esferas, (BRULS, et al., 2001). O dispositivo foi dimensionado para a geometria dos corpos de prova deste trabalho, não sendo útil para outras formas e/ou diâmetros.

A resistência à flexão máxima das amostras para as duas condições de leito de pó foi obtida pela aplicação da Equação 2, utilizando-se os valores da carga de ruptura máxima encontrada no ensaio *B3B*.

Figura 24 – (a) Vista esquemático do dispositivo para fixação das amostras; e (b) dispositivo confeccionado neste trabalho



Fonte: (a) THOMAZI (2014); (b) Autor (2014)

### 3.5.3 Avaliação estatística

A resposta estatística da propriedade mecânica foi obtida pela análise da distribuição de Weibull. Foi calculada a probabilidade de falha do material em função do número de amostras ensaiadas, bem como o módulo de Weibull.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados encontrados para os materiais e métodos utilizados no Capítulo 3.

### 4.1 MEDIDAS DE RUGOSIDADE DAS CAVIDADES

Para a avaliação do acabamento superficial, foram analisadas as medidas de rugosidade das cavidades. A Tabela 8 apresenta os valores de rugosidade para a cavidade polida comparada com a cavidade de THOMAZI (2014) com e sem *Teflon*<sup>®</sup>,

Tabela 8 - Medidas de rugosidade das cavidades do molde sem e com (S/C) *Teflon*<sup>®</sup>

Cavidade	Ra (μm)		Ry (μm)		Rz (μm)		Cut-Off utilizado (mm)
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	
Polida S/C Teflon	0,03 / 0,87	0,01 / 0,07	0,35 / 5,74	0,14 / 1,01	0,21 / 4,46	0,06 / 0,31	0,25 / 0,80
THOMAZI (2014) S/C Teflon	1,21 / 0,74	0,12 / 0,16	12,82 / 5,34	2,17 / 1,82	9,4 / 4,26	1,38 / 0,29	0,80 / 0,80

Fonte: Autor (2014)

Como esperado, as medidas de rugosidades entre as cavidades metálicas sem *Teflon*<sup>®</sup> possuem uma diferença de aproximadamente 4000% (polida x THOMAZI (2014)). Já para as cavidades com *Teflon*<sup>®</sup>, nota-se que os valores são muito próximos. Tendo em conta os desvios padrões das medidas, as cavidades após aplicação de *Teflon*<sup>®</sup>, possuem os mesmos valores de Ra, Ry e Rz.

A camada de *Teflon*<sup>®</sup> aplicada de 40 μm não reproduziu o acabamento superficial da cavidade polida, ou seja, a qualidade da superfície do molde de alumínio aparentemente não interferiu na qualidade final da superfície do *Teflon*<sup>®</sup> aplicado.

Assim, as etapas de acabamento superficial utilizadas para polimento das cavidades não foram relevantes na qualidade final do molde quando sua superfície foi recoberta com *Teflon*<sup>®</sup> onde, é gerada uma superfície característica do *Teflon*<sup>®</sup> independentemente do tipo da cavidade.

### 4.3 ANÁLISES DA DENSIDADE E RESISTÊNCIA MECÂNICA

Os resultados das medidas individuais obtidas de densidade e resistência mecânica podem ser consultados no Apêndice A.



#### 4.1.1 Densidade Sinterizada

A Tabela 9 apresenta os resultados de densidade das amostras sinterizadas, LPV+T (Leito de Pó Virgem + *Teflon*<sup>®</sup>) e LPR+T (Leito de Pó Reutilizado + *Teflon*<sup>®</sup>) e a densidade relativa, %DT, em comparação com valores encontrados na literatura. A densidade teórica da alumina foi considerada 3,984 g/cm<sup>3</sup> (MUNRO, 1997) e a densidade da água de 0,99862 g/cm<sup>3</sup> a uma temperatura de 18°C.

Os valores obtidos neste trabalho foram superiores aos resultados verificados por outros autores. A norma utilizada ASTM C373-88 recomenda um corpo de prova com pelo menos 50 g. As maiores peças ensaiadas pesaram cerca de 1,8 g e as menores 0,4 g. Isto pode resultar em erros de medição. Por exemplo, quando se pesa a massa saturada da amostra, é necessário à remoção do excesso de água com um pano úmido. Como as amostras que possuem maior massa são de 1,8 g, qualquer variação da massa de água removida, para mais ou para menos, pode induzir à diferenças na massa saturada. A massa recomendada é cerca de 125 vezes maior que a menor massa ensaiada. Usando um fator de cobertura igual ao *t-student* para uma confiabilidade de 95% a incerteza expandida entre as medidas para LPV+T é 0,009 e para a LPR+T é 0,026, APÊNDICE B.

Tabela 9 – Densidade aparente e o percentual da densificação relativa comparada com a teórica das peças sinterizadas

	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )*	%DT
LPV+T	3,93 (2)	98,52
LPR+T	3,93 (2)	98,71
Andreola (2007)	3,87 (1)	97,13
Barbieri (2011)	3,849 (6)	96,61
Ourique (2012)	3,863 (2)	96,96
Thomazi (2014)	3,83 (4)	96,13

\*valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão na forma dos dois últimos algarismos significativo

Fonte: Autor (2014)

Assim, devido à diferença encontrada de densidade aparente quando comparada a de outros autores, foi medida novamente a densidade aparente das peças através do método de Arquimedes apresentado no trabalho de THOMAZI (2014). Para as medidas desse trabalho levou-se em consideração os poros abertos, Equação 11, já para os trabalhos anteriores considerou-se um corpo impermeável, ou seja, não poroso, Equação 13. A Tabela 10 apresenta os resultados obtidos por esse método.

$$V = D - S \quad (13)$$

Tabela 10 - Densidade aparente e o percentual da densificação relativa comparada com a teórica das peças sinterizadas – método de Arquimedes

	$\rho$ (g/cm <sup>3</sup> )*	%DT	% $\Delta\rho$
LPV+T - ASTM C373-88/Arquimedes	3,925 (17) / 3,941 (15)	98,52 / 98,92	0,41
LPR+T - ASTM C373-88/Arquimedes	3,921 (47) / 3,929 (15)	98,43 / 98,62	0,20

\*valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão na forma dos dois últimos algarismos significativo  
Fonte: Autor (2014)

As diferenças das densidades aparentes medidas pelos dois métodos não foram relevantes.

Comparando a densidade aparente encontrada nesse trabalho para a amostra LPV+T e a amostra de THOMAZI (2014), nota-se uma diferença de 0,10 g/cm<sup>3</sup>. Supondo a massa de 1,8 g e a maior densidade encontrada e aplicando a Equação 12, obtém-se:

Para a amostra LPV+T:

$$3,93 \frac{g}{cm^3} = \frac{1,8 g}{V}$$

$$V = 0,4585 cm^3$$

Para a amostra de THOMAZI (2014):

$$3,83 \frac{g}{cm^3} = \frac{1,8 g}{V}$$

$$V = 0,4699 cm^3$$

Isto significa que as peças ensaiadas nesse trabalho, para uma mesma massa, resultaram numa diferença de volume de 11,37 mm<sup>3</sup> quando comparada com a encontrada por THOMAZI (2014). Essa diminuição do volume pode estar relacionada com uma menor quantidade de poros nas peças. Assim sendo, foi possível obter uma redução de 2,42 % em volume de poros presentes nas peças sinterizadas.

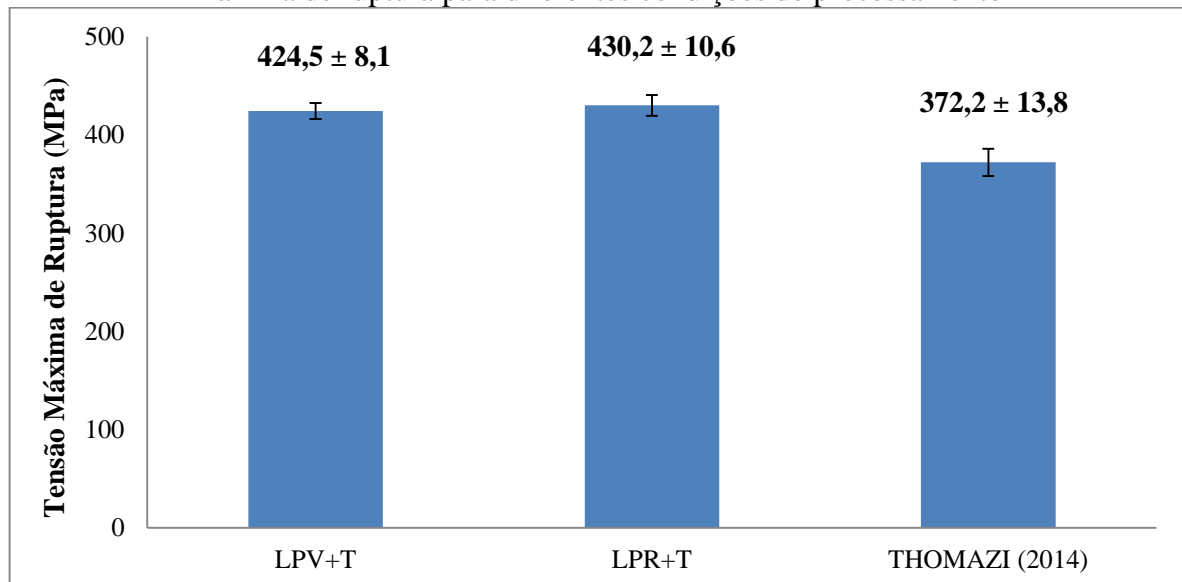
#### 4.1.2 Resistência Mecânica à Flexão

A Figura 25 apresenta as médias e os desvios padrões dos ensaios de resistência mecânica à flexão dos corpos de prova para as duas cavidades, uma com a remoção dos ligantes feito com alumina reutilizada (LPR+T) e outra com alumina virgem (LPV+T), com

as duas superfícies do molde com Teflon<sup>®</sup>, comparada com os valores obtidos por THOMAZI (2014).

Os resultados apresentados no gráfico revelam que a resistência média encontrada neste trabalho é superior àquela encontrada por THOMAZI (2014). Do ponto de vista estatístico, as resistências médias obtidas dos lotes ensaiados neste trabalho são praticamente iguais. A grande diferença percebe-se no desvio padrão encontrado para os diferentes grupos. Este desvio padrão está relacionado com a confiabilidade que a peça apresenta. A condição de processamento que apresentou melhores resultados de tensão à flexão, com menor desvio padrão, foi aquela com a adição do *Teflon*<sup>®</sup> nas duas faces do molde e a utilização da alumina virgem.

Figura 25 – Comparativo da média e desvio padrão da média encontrados para a tensão máxima de ruptura para diferentes condições de processamento



Fonte: Autor (2014)

A tensão média encontrada para a amostra LPR+T foi 15,6% maior que a encontrada por THOMAZI (2014). Sem uma investigação mais detalhada da microestrutura das peças obtidas, *e.g.* tamanho de grão, não se pode afirmar se esta variação está relacionada com a maior temperatura de sinterização utilizada neste trabalho.

#### 4.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS DE RESISTÊNCIA A FLEXÃO

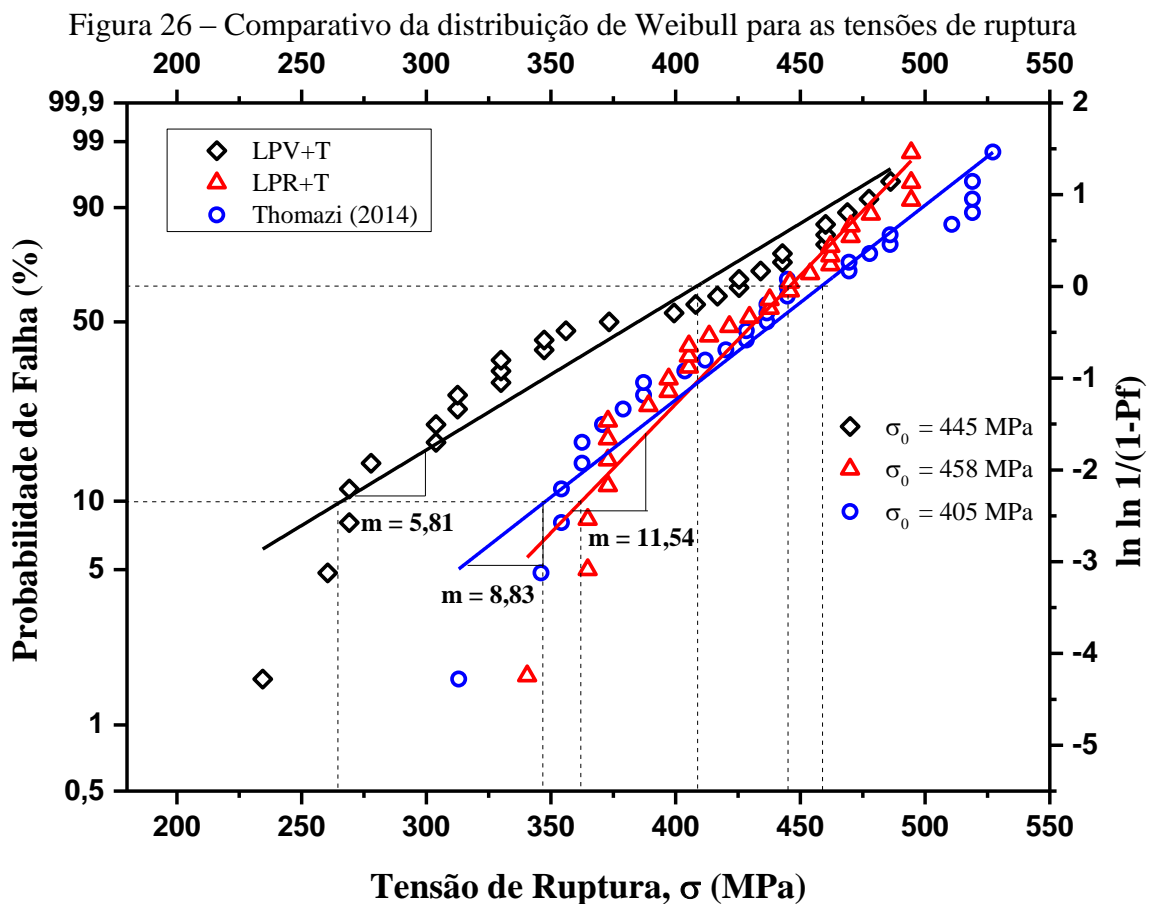
Para mensurar a confiabilidade das peças cerâmicas injetadas, foi aplicada a estatística de Weibull. Os cálculos se encontram no Apêndice C. De fato, as modificações realizadas no molde apresentaram resultados positivos quanto à resistência mecânica e à confiabilidade da

peça injetada. A Figura 26 apresenta a estatística de Weibull aplicada às peças injetadas e aquelas produzidas por THOMAZI (2014).

Através da análise estatística de Weibull, tanto as peças produzidas com o leito de pó virgem e o leito de pó reutilizado, obtiveram valores superiores quando comparados com a análise estatística de Weibull das tensões de ruptura encontradas por THOMAZI (2014).

O módulo de Weibull,  $m$ , que representa a confiabilidade das peças injetadas, apresentou um aumento de 98,6% quando se compara o melhor valor encontrado (LPV+T) e o resultado de THOMAZI (2014). Quando se comparam às resistências características, isto é, para uma probabilidade de falha das peças de 63%, o aumento é de 9,8% para a LPV+T, comparadas com as peças produzidas por THOMAZI (2014).

A título de exemplificar a análise estatística de Weibull, pode-se afirmar que, se houver algum requisito de projeto onde a probabilidade de falha seja 10%, a tensão de ruptura do processo LPV+T comparada com THOMAZI (2014) é 35,8% maior. Ou em outra situação onde o requisito de projeto for uma tensão de ruptura de 340 MPa, a probabilidade de falha encontrada para LPV+T é de 5,7% e aquela encontrada por THOMAZI (2014) é de 28,7%.



Segundo a literatura apresentada por ASKELAND (2008) na seção 2.1.3, os valores encontrados para uma alumina com controle do tamanho de partículas prensada e sinterizada a altas temperaturas é  $m = 9,7$  e  $\sigma_0 = 578$  MPa. Comparando com esse trabalho, o  $m$  obtido é 19% maior e a  $\sigma_0$  é 23% menor. Provavelmente a diferença encontrada na tensão característica citada por ASKELAND (2008) é o controle do tamanho de partícula do pó utilizado, uma vez nesse trabalho não foi controlado, ou seja, foi utilizada a  $Al_2O_3$  conforme recebida ou o processo de conformação ou também a diferença de temperatura que não está citada por Askeland (2008).

Segundo MUNRO (1997), para um compactado de pó de alumina sinterizado a aproximadamente  $1700^\circ C$ , o valor obtido de  $m = 11 \pm 4$  e a  $\sigma_0 = 395 \pm 25$  MPa, valores próximos aos encontrados nesse trabalho.

#### 4.3 MEDIDAS DE RUGOSIDADE DO PRODUTO FINAL

Com o intuito de verificar se a rugosidade final da peça sinterizada é um agravante nos resultados da distribuição de Weibull, foram realizadas medidas de rugosidade superficial das amostras. A Tabela 11 apresenta os valores.

Tabela 11 – Comparativo das medidas de rugosidade superficial das amostras sinterizadas

	Ra ( $\mu m$ )		Ry ( $\mu m$ )		Rz ( $\mu m$ )		<i>Cut-Off</i> utilizado (mm)
	Média	Desvio	Média	Desvio	Média	Desvio	
LPV+T	0,78	0,16	5,80	2,07	4,26	0,59	0,80
LPR+T	1,10	0,08	7,56	1,60	6,02	0,68	0,80
Thomazi (2014)	1,15	0,17	10,67	3,48	7,45	1,46	0,80

Fonte: Autor (2014)

De fato, o lote de amostras que apresentou o melhor desempenho e confiabilidade mecânica, LPV+T, foi o mesmo que apresentou o melhor acabamento superficial das peças ensaiadas, ressaltando a relevância da qualidade final da superfície do material cerâmico em relação a seu desempenho mecânico.

## 5 CONCLUSÕES

Este trabalho avaliou os processos que podem ser usados para melhorar o desempenho mecânico e a confiabilidade de materiais cerâmicos injetados à baixa pressão. Tendo como base o trabalho de THOMAZI (2014), foram estudados os efeitos das variáveis de processamento e características construtivas de moldes na resistência à flexão e confiabilidade.

O acabamento espelhado das cavidades mostrou-se não ser necessária quando as cavidades foram recobertas com uma espessura de camada de 40  $\mu\text{m}$  de *Teflon*<sup>®</sup>. Com os resultados obtidos percebeu-se que o *Teflon*<sup>®</sup> após a aplicação possui uma rugosidade própria quando aplicados a esses níveis de rugosidade das cavidades. Sendo assim, o elevado custo para o polimento das cavidades para trabalhos futuros poderá ser evitado.

Os resultados obtidos de resistência mecânica à flexão, aplicados à estatística de Weibull, revelaram que as modificações feitas tanto no processo de remoção dos ligantes quanto nas cavidades, são efetivas. Foi possível aumentar a confiabilidade do material e a resistência à flexão característica do produto acabado. Isso representa a importância da superfície do molde nos resultados finais, o quanto os concentradores de tensões superficiais interferem na confiabilidade e no desempenho dos materiais cerâmicos.

## TRABALHOS FUTUROS

Para trabalhos futuros propõem-se uma análise comparativa da massa a verde após a remoção dos ligantes das peças para diferentes leitos de pó. A remoção dos ligantes mostrou-se uma etapa do processo extremamente importante na confiabilidade das peças ensaiadas. A granulometria e empacotamento do pó do leito parecem ser cruciais para o elevado desempenho esperado para peças cerâmicas injetadas à baixa pressão.

## BIBLIOGRAFIA

ALBERO, A. J. L., **A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial Parte I: O Preenchimento das Cavidades do Molde**, Instituto de Tecnologia Cerâmica, Universidad de Valência, 2000.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for water absorption, bulk density, apparent porosity, and apparent specific gravity of fired whiteware products**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2006. 2 f.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test method for vickers indentation hardness of advanced ceramics**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2008.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard test methods for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2010.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature**. West Conshohocken, PA: ASTM, 2008. 17 f.

ANDREOLA, Raquel. **Conformação de molas cerâmicas por moldagem por injeção em baixa pressão**. Caxias do Sul, RS, 2007. 114 f. : Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência dos Materiais, 2007.

ASKELAND, D. R., Phulé, P.P. **Ciência e Engenharia dos Materiais**. 1º Ed. São Paulo: Cengage Learning, 2008.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Especificações geométricas do produto (GPS) - Rugosidade: Método do perfil - Termos, definições e parâmetros da rugosidade**, 1997.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS, **Rugosidade das Superfícies**, 1988.

BARBIERI, Rodrigo Antonio. **Influência da temperatura de sinterização nas propriedades mecânicas de molas de alumina injetadas em baixa pressão.** Caxias do Sul, RS, 2011. xvii, 119 f. : Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Materiais, 2011.

BÖRGER, A., SUPANCIC, P., DANZER, R., **The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc.** Journal of the European Ceramic Society, vol. 22, pp. 1425-1436, 2002.

BÖRGER, A., SUPANCIC, P., DANZER, R., **The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: Part II: analysis of possible errors in the strength determination.** Journal of the European Ceramic Society, vol. 24, pp. 2917-2928, 2004.

BRULS, R.J., HINTZEN, H.T., WITH, G., METSELAAR, R., **The temperature dependence of the Young's modulus of MgSiN<sub>2</sub>, AlN e Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.** Journal of the European Ceramic Society 21 (2001) 263-268.

CALLISTER, William D.,. **Ciência e engenharia de materiais: uma introdução.** 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, c2002. xxx, 589 p. ISBN 8521612885.

CATAFESTA, J., ANDREOLA R., PEROTTONI C. A., ZORZI J. E., **Slip casting of commercial aluminas with fine powder Colagem de barbotina de aluminas submicrométricas comerciais,** Cerâmica 53 (2007) 29-34.

COSTA, C.A., TITTON, A.P., PASQUALI, F.M., CRUZ, R.C.D. **The influence of low pressure injection molding process parameters on ceramics disks geometry.** The twentieth annual international conference on composites or nano engineering. China, 2012.

ĆURKOVIĆ, L., REDE, V., GRILEC, K., MULABDIĆ, A. **Hardness and Fracture Toughness of Alumina Ceramics. Conference on Materials, Processes, Friction and Wear MATRIB' 07,** Vela Luka, 21-23/06/2007.



ECHEVERRIGARAY, S, G, **Desenvolvimento de um sistema ligante hidrossolúvel para moldagem de pós metálicos por injeção**. 2006. Trabalho de conclusão de curso – Departamento de Engenharia Mecânica, UCS, Caxias do Sul, 2006.

EXTRUSÃO. In: WIKIPÉDIA, a enciclopédia livre. Flórida: Wikimedia Foundation, 2014. Disponível em: <<http://pt.wikipedia.org/w/index.php?title=Extrus%C3%A3o&oldid=39634475>>. Acesso em: 24 ago. 2014.

GADELMAWLA, E.S.; KOURA, M.M.; MAKSSOUND, T.M.A.; ELEWA, I.M.; SOLIMAN, H.H. **Roughness parameters**. Journal of Materials Processing Technology, 123, 2002, 133-145.

GERMAN, R. M.; BOSE, A.. **Injection molding of metals and ceramics**. New Jersey: Metal Powder Industries Federation, c1997. 413p. ISBN 187895461X.

HAGUE, R.; MANSOUR, S.; SALEH, N. Design opportunities with rapid manufacturing. **Assembly Automation**, v.23, n.4, p.346-356. 2003.

MCENTIRE, B. J. Norton/TRW Ceramics. Powder compaction process – dry pressing. **Engineered materials handbook vol.4 – ceramic and glasses**. AMS International – the materials information society, 1991. P. 141-146.

MORITZ, T., LENK, R. **Ceramic injection molding: a review of developments in production technology, materials and applications**. Powder Injection Molding International. Vol. 3 No. 3, p.23-34, 2009.

MUNRO, R.G. **Evaluated material properties for a sintered  $\alpha$ -alumina**. J. Am. Ceram. Soc., v. 80, n.8, p. 1919-1028, 1997.

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION, **Geometrical Product Specifications (GPS) -- Surface texture: Profile method -- Rules and procedures for the assessment of surface texture**, 1997.

OURIQUE, Pedro Antonio. **Efeito das variáveis de processamento em misturas de alumina com ligantes orgânicos usadas na moldagem por injeção em baixa pressão.** 2012. xiv, 78 f. : Dissertação (Mestrado) - Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Materiais, 2012.

REED, James Stalford. **Principles of ceramics processing.** 2.ed. New York, US: J. Wiley, c1995. 658 p. ISBN 047159721X.

RICHERSON, D. W. **Modern Ceramic Engineering.** New York: Marcel Dekker Inc., 1992.

SANTOS JÚNIOR, M.J., **Metrologia Dimensional: Teoria e Prática,** Ed. da Universidade/UFRGS, 1985.

THOMAZI, E., **Influência do ciclo de resfriamento do molde a obtenção de discos cerâmicos por injeção em baixa pressão.** 2014. Dissertação de mestrado – Programa de Pós-graduação em Engenharia Mecânica – Mestrado profissional, UCS, Caxias do Sul, 2014.

ZANOTTO, E.D., MIGLIORE, A.R.J. **Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução.** Departamento de Engenharia de Materiais – Universidade de São Carlos, 1991.

ZORZI, J. E., **Conformação de Cerâmicas de Alta Tecnologia com Formas Complexas.** Dissertação de Mestrado, PPGEM – UFRGS, Porto Alegre (1996).

ZORZI, J.E., **Produção de peças de cerâmica avançada com perfil complexo.** Tese de doutorado – Programa de Pós-graduação em Ciências dos materiais (PGCIMAT), UFRGS, Porto Alegre, 2001.

## APÊNDICE A – RESULTADOS DE DENSIDADE E RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Considerando a norma C763-88, levando em consideração os poros abertos e a temperatura da água de 18 °C,  $\rho_{H_2O} = 0,99862 \text{ g/cm}^3$ .

Leito de pó VIRGEM							
CP	Massa Seca (D) (g)	Massa Submersa (S) (g)	Massa Saturada (M)(g)	Volume (V) (cm <sup>3</sup> )	Dens. Aparente (B) (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade Aparente (P) (%)	Densificação (%)
1	1,81336	1,3538	1,8175	0,4637	3,905	0,893	98,023
2	1,81754	1,3562	1,8202	0,464	3,912	0,573	98,185
3	1,82128	1,3594	1,8227	0,4633	3,926	0,306	98,536
4	1,82263	1,3613	1,8238	0,4625	3,935	0,253	98,780
5	0,71414	0,5333	0,7147	0,1814	3,931	0,309	98,680
6	0,63661	0,4757	0,637	0,1613	3,941	0,242	98,928
7	0,64034	0,4775	0,6405	0,163	3,923	0,098	98,470
8	0,65647	0,4904	0,6568	0,1664	3,940	0,198	98,888
9	0,50723	0,3786	0,5076	0,129	3,927	0,287	98,559
10	0,41104	0,3064	0,4118	0,1054	3,894	0,721	97,752
11	0,46443	0,3462	0,4652	0,119	3,897	0,647	97,826
12	0,74484	0,5575	0,7457	0,1882	3,952	0,457	99,203
13	0,66494	0,4973	0,6657	0,1684	3,943	0,451	98,974
14	0,71006	0,5301	0,7106	0,1805	3,928	0,299	98,605
15	0,71637	0,535	0,7169	0,1819	3,933	0,291	98,716
16	0,39439	0,2943	0,395	0,1007	3,911	0,606	98,170
				Média	3,925	0,415	98,518
				Desvio Padrão	0,017	0,218	0,422

Leito de pó REUTILIZADO							
CP	Massa Seca (D) (g)	Massa Submersa (S) (g)	Massa Saturada (M)(g)	Volume (V) (cm <sup>3</sup> )	Dens. Aparente (B) (g/cm <sup>3</sup> )	Porosidade Aparente (P) (%)	Densificação (%)
1	0,84374	0,6295	0,8446	0,2151	3,917	0,400	98,322
2	0,639	0,4776	0,6395	0,1619	3,941	0,309	98,932
3	0,53486	0,3992	0,5353	0,1361	3,924	0,323	98,506
4	0,6383	0,4737	0,6365	0,1628	3,915	0,501	98,277
5	0,9672	0,7222	0,9694	0,2472	3,907	0,890	98,073
6	1,81235	1,3579	1,8143	0,4564	3,965	0,427	99,535
7	1,8126	1,3527	1,8141	0,4614	3,923	0,325	98,470
8	1,81385	1,3576	1,8158	0,4582	3,953	0,426	99,226
9	1,80907	1,3356	1,8151	0,4795	3,768	1,258	94,569
10	1,81771	1,3571	1,8195	0,4624	3,926	0,387	98,534
11	1,81411	1,3606	1,8155	0,4549	3,982	0,306	99,961
12	1,80153	1,3443	1,8031	0,4588	3,921	0,342	98,424
13	1,80732	1,3491	1,8089	0,4598	3,925	0,344	98,525
14	1,80417	1,3471	1,8056	0,4585	3,930	0,312	98,632
15	1,82724	1,3637	1,8289	0,4652	3,922	0,357	98,455
				Média	3,921	0,460	98,429
				Desvio Padrão	0,047	0,264	1,183

Resultados obtidos pelo método de Arquimedes, considerando um corpo impermeável.  
 Temperatura da água de 18 °C,  $\rho_{H_2O} = 0,99862 \text{ g/cm}^3$ .

LPV+T					
CP	Massa Seca (D) (g)	Massa Submersa (S) (g)	Volume (V) (cm <sup>3</sup> )	Dens. Aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densificação (%)
1	1,81336	1,3528	0,46056	3,937	98,828
3	1,81754	1,3561	0,46144	3,939	98,867
4	1,82128	1,36	0,46128	3,948	99,104
6	1,82263	1,361	0,46163	3,948	99,103
7	0,71414	0,5331	0,18104	3,945	99,012
8	0,63661	0,4758	0,16081	3,959	99,367
9	0,64034	0,4771	0,16324	3,923	98,461
10	0,65647	0,489	0,16747	3,920	98,392
11	0,50723	0,3778	0,12943	3,919	98,367
13	0,46443	0,3467	0,11773	3,945	99,018
14	0,74484	0,5559	0,18894	3,942	98,951
15	0,66494	0,496	0,16894	3,936	98,794
16	0,71006	0,5296	0,18046	3,935	98,763
17	0,71637	0,535	0,18137	3,950	99,141
18	0,39439	0,2952	0,09919	3,976	99,802
Média				3,941	98,931
Desvio Padrão				0,015	0,374

LPR+T					
CP	Massa Seca (D) (g)	Massa Submersa (S) (g)	Volume (V) (cm <sup>3</sup> )	Dens. Aparente (g/cm <sup>3</sup> )	Densificação (%)
1	0,84374	0,6279	0,21584	3,904	97,985
2	0,639	0,4764	0,1626	3,924	98,506
4	0,6383	0,4743	0,164	3,887	97,558
5	0,9672	0,7222	0,245	3,942	98,953
7	1,81235	1,3524	0,45995	3,935	98,767
9	1,8126	1,352	0,4606	3,930	98,641
10	1,81385	1,3526	0,46125	3,927	98,570
11	1,80907	1,3507	0,45837	3,941	98,928
12	1,81771	1,3564	0,46131	3,935	98,767
13	1,81411	1,3537	0,46041	3,935	98,764
14	1,80153	1,3441	0,45743	3,933	98,718
15	1,80732	1,3493	0,45802	3,940	98,908
16	1,80417	1,3461	0,45807	3,933	98,725
17	1,82724	1,3637	0,46354	3,936	98,807
Média				3,929	98,614
Desvio Padrão				0,015	0,388

Resultados da resistência à flexão encontrados para os corpos de prova, bem como os valores ajustados conforme as equações citadas na revisão bibliográfica

<b>LPV+T</b>					
	$\sigma$ máx (MPa)	f	F (N)	t <sup>2</sup> (mm <sup>2</sup> )	Fmedido (kgf)
1	<b>494,46</b>	1,97304	598,20565	2,387025	61
2	<b>397,19</b>	1,97304	480,52585	2,387025	49
3	<b>372,87</b>	1,97304	451,1059	2,387025	46
4	<b>413,40</b>	1,97304	500,13915	2,387025	51
5	<b>437,72</b>	1,97304	529,5591	2,387025	54
6	<b>405,29</b>	1,97304	490,3325	2,387025	50
7	<b>470,14</b>	1,97304	568,7857	2,387025	58
8	<b>421,51</b>	1,97304	509,9458	2,387025	52
9	<b>397,19</b>	1,97304	480,52585	2,387025	49
10	<b>405,29</b>	1,97304	490,3325	2,387025	50
11	<b>453,93</b>	1,97304	549,1724	2,387025	56
12	<b>429,61</b>	1,97304	519,75245	2,387025	53
13	<b>494,46</b>	1,97304	598,20565	2,387025	61
14	<b>372,87</b>	1,97304	451,1059	2,387025	46
15	<b>364,76</b>	1,97304	441,29925	2,387025	45
16	<b>405,29</b>	1,97304	490,3325	2,387025	50
17	<b>372,87</b>	1,97304	451,1059	2,387025	46
18	<b>445,82</b>	1,97304	539,36575	2,387025	55
19	<b>462,03</b>	1,97304	558,97905	2,387025	57
20	<b>437,72</b>	1,97304	529,5591	2,387025	54
21	<b>478,25</b>	1,97304	578,59235	2,387025	59
22	<b>364,76</b>	1,97304	441,29925	2,387025	45
23	<b>462,03</b>	1,97304	558,97905	2,387025	57
24	<b>494,46</b>	1,97304	598,20565	2,387025	61
25	<b>389,08</b>	1,97304	470,7192	2,387025	48
26	<b>340,45</b>	1,97304	411,8793	2,387025	42
27	<b>372,87</b>	1,97304	451,1059	2,387025	46
28	<b>470,14</b>	1,97304	568,7857	2,387025	58
29	<b>462,03</b>	1,97304	558,97905	2,387025	57
30	<b>445,82</b>	1,97304	539,36575	2,387025	55
<b>Média</b>	<b>424,48</b>				
<b>Desvpad</b>	<b>44,32</b>	<b>Desvio Padrão da média</b> <b>8,09</b>			

<b>LPR+T</b>					
	$\sigma$ máx (MPa)	f	F (N)	t <sup>2</sup> (mm <sup>2</sup> )	Fmedido (kgf)
1	<b>510,74</b>	1,97743	608,0123	2,354033	62
2	<b>370,70</b>	1,97743	441,29925	2,354033	45
3	<b>518,98</b>	1,97743	617,81895	2,354033	63
4	<b>444,84</b>	1,97743	529,5591	2,354033	54
5	<b>345,99</b>	1,97743	411,8793	2,354033	42
6	<b>362,46</b>	1,97743	431,4926	2,354033	44
7	<b>518,98</b>	1,97743	617,81895	2,354033	63
8	<b>486,03</b>	1,97743	578,59235	2,354033	59
9	<b>428,36</b>	1,97743	509,9458	2,354033	52
10	<b>436,60</b>	1,97743	519,75245	2,354033	53
11	<b>527,22</b>	1,97743	627,6256	2,354033	64
12	<b>444,84</b>	1,97743	529,5591	2,354033	54
13	<b>313,04</b>	1,97743	372,6527	2,354033	38
14	<b>469,55</b>	1,97743	558,97905	2,354033	57
15	<b>428,36</b>	1,97743	509,9458	2,354033	52
16	<b>469,55</b>	1,97743	558,97905	2,354033	57
17	<b>403,65</b>	1,97743	480,52585	2,354033	49
18	<b>518,98</b>	1,97743	617,81895	2,354033	63
19	<b>420,13</b>	1,97743	500,13915	2,354033	51
20	<b>387,17</b>	1,97743	460,91255	2,354033	47
21	<b>387,17</b>	1,97743	460,91255	2,354033	47
22	<b>477,79</b>	1,97743	568,7857	2,354033	58
23	<b>436,60</b>	1,97743	519,75245	2,354033	53
24	<b>411,89</b>	1,97743	490,3325	2,354033	50
25	<b>378,94</b>	1,97743	451,1059	2,354033	46
26	<b>354,22</b>	1,97743	421,68595	2,354033	43
27	<b>486,03</b>	1,97743	578,59235	2,354033	59
28	<b>362,46</b>	1,97743	431,4926	2,354033	44
29	<b>354,22</b>	1,97743	421,68595	2,354033	43
30	<b>444,84</b>	1,97743	529,5591	2,354033	54
31	<b>436,60</b>	1,97743	519,75245	2,354033	53
<b>Média</b>	<b>430,22</b>				
<b>Desvpad</b>	<b>59,01</b>	<b>Desvio Padrão da média</b> <b>10,60</b>			

<b>THOMAZI (2014)</b>					
	$\sigma$ máx (MPa)	f	F (N)	t <sup>2</sup> (mm <sup>2</sup> )	Fmedido (kgf)
1	<b>329,91</b>	1,99194	372,6527	2,25	38
2	<b>303,87</b>	1,99194	343,2328	2,25	35
3	<b>329,91</b>	1,99194	372,6527	2,25	38
4	<b>234,41</b>	1,99194	264,7796	2,25	27
5	<b>355,96</b>	1,99194	402,0727	2,25	41
6	<b>486,19</b>	1,99194	549,1724	2,25	56
7	<b>468,82</b>	1,99194	529,5591	2,25	54
8	<b>434,09</b>	1,99194	490,3325	2,25	50
9	<b>312,55</b>	1,99194	353,0394	2,25	36
10	<b>373,32</b>	1,99194	421,686	2,25	43
11	<b>425,41</b>	1,99194	480,5259	2,25	49
12	<b>312,55</b>	1,99194	353,0394	2,25	36
13	<b>442,78</b>	1,99194	500,1392	2,25	51
14	<b>399,37</b>	1,99194	451,1059	2,25	46
15	<b>477,50</b>	1,99194	539,3658	2,25	55
16	<b>329,91</b>	1,99194	372,6527	2,25	38
17	<b>442,78</b>	1,99194	500,1392	2,25	51
18	<b>347,28</b>	1,99194	392,266	2,25	40
19	<b>460,14</b>	1,99194	519,7525	2,25	53
20	<b>260,46</b>	1,99194	294,1995	2,25	30
21	<b>277,82</b>	1,99194	313,8128	2,25	32
22	<b>460,14</b>	1,99194	519,7525	2,25	53
23	<b>416,73</b>	1,99194	470,7192	2,25	48
24	<b>460,14</b>	1,99194	519,7525	2,25	53
25	<b>408,05</b>	1,99194	460,9126	2,25	47
26	<b>347,28</b>	1,99194	392,266	2,25	40
27	<b>425,41</b>	1,99194	480,5259	2,25	49
28	<b>269,14</b>	1,99194	304,0062	2,25	31
29	<b>269,14</b>	1,99194	304,0062	2,25	31
30	<b>303,87</b>	1,99194	343,2328	2,25	35
<b>Média</b>	<b>372,16</b>				
<b>Desvpad</b>	<b>75,44</b>	<b>Desvio Padrão da média</b> <b>13,77</b>			

## APÊNDICE B – CÁLCULO DA INCERTEZA ESTIMADA

**t Table**

cum. prob one-tail two-tails	$t_{.50}$	$t_{.75}$	$t_{.20}$	$t_{.85}$	$t_{.90}$	$t_{.95}$	$t_{.975}$	$t_{.99}$	$t_{.995}$	$t_{.999}$	$t_{.9995}$
	0.50	0.25	0.40	0.15	0.10	0.05	0.025	0.01	0.005	0.001	0.0005
df											
1	0.000	1.000	1.376	1.963	3.078	6.314	12.71	31.82	63.66	318.31	636.62
2	0.000	0.816	1.061	1.386	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	22.327	31.599
3	0.000	0.765	0.978	1.250	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	10.215	12.924
4	0.000	0.741	0.941	1.190	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	7.173	8.610
5	0.000	0.727	0.920	1.156	1.476	2.015	2.571	3.365	4.032	5.893	6.869
6	0.000	0.718	0.906	1.134	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	5.208	5.959
7	0.000	0.711	0.896	1.119	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	4.785	5.408
8	0.000	0.706	0.889	1.108	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	4.501	5.041
9	0.000	0.703	0.883	1.100	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	4.297	4.781
10	0.000	0.700	0.879	1.093	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	4.144	4.587
11	0.000	0.697	0.876	1.088	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	4.025	4.437
12	0.000	0.695	0.873	1.083	1.356	1.782	2.179	2.681	3.055	3.930	4.318
13	0.000	0.694	0.870	1.079	1.350	1.771	2.160	2.650	3.012	3.852	4.221
14	0.000	0.692	0.868	1.076	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	3.787	4.140
15	0.000	0.691	0.866	1.074	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	3.733	4.073
16	0.000	0.690	0.865	1.071	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	3.686	4.015
17	0.000	0.689	0.863	1.069	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.646	3.965
18	0.000	0.688	0.862	1.067	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.610	3.922
19	0.000	0.688	0.861	1.066	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.579	3.883
20	0.000	0.687	0.860	1.064	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.552	3.850
21	0.000	0.686	0.859	1.063	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	3.527	3.819
22	0.000	0.686	0.858	1.061	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	3.505	3.792
23	0.000	0.685	0.858	1.060	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	3.485	3.768
24	0.000	0.685	0.857	1.059	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	3.467	3.745
25	0.000	0.684	0.856	1.058	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.450	3.725
26	0.000	0.684	0.856	1.058	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779	3.435	3.707
27	0.000	0.684	0.855	1.057	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771	3.421	3.690
28	0.000	0.683	0.855	1.056	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763	3.408	3.674
29	0.000	0.683	0.854	1.055	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756	3.396	3.659
30	0.000	0.683	0.854	1.055	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	3.385	3.646
40	0.000	0.681	0.851	1.050	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	3.307	3.551
60	0.000	0.679	0.848	1.045	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	3.232	3.460
80	0.000	0.678	0.846	1.043	1.292	1.664	1.990	2.374	2.639	3.195	3.416
100	0.000	0.677	0.845	1.042	1.290	1.660	1.984	2.364	2.626	3.174	3.390
1000	0.000	0.675	0.842	1.037	1.282	1.646	1.962	2.330	2.581	3.098	3.300
<b>Z</b>	0.000	0.674	0.842	1.036	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576	3.090	3.291
	0%	50%	60%	70%	80%	90%	95%	98%	99%	99.8%	99.9%
	<b>Confidence Level</b>										

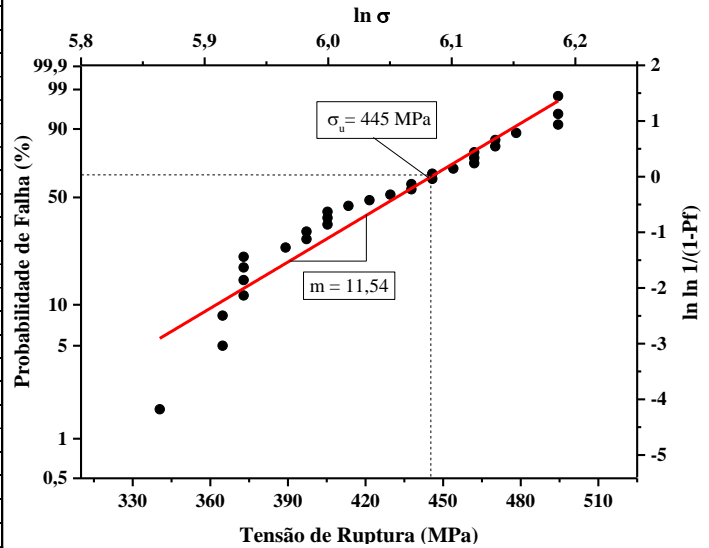
Disponível em: <http://www.sjsu.edu/faculty/gerstman/StatPrimer/t-table.pdf> (10/2014)

$$\text{Incerteza expandida} = t \cdot (DP/N^{1/2})$$

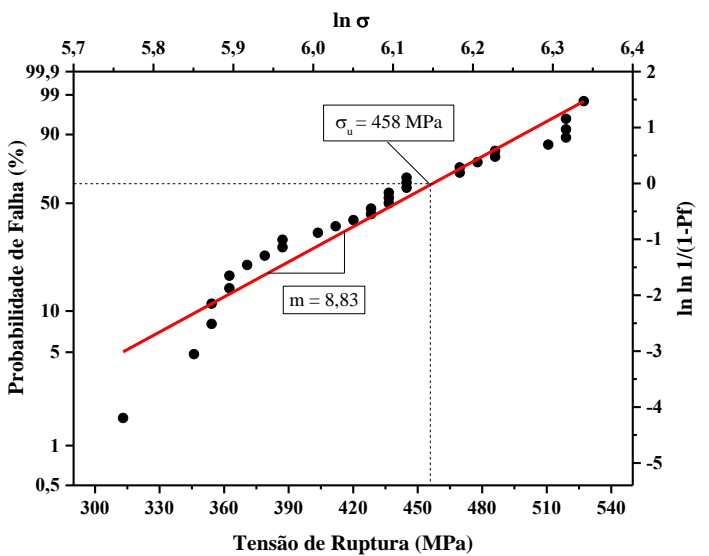
LPV+T		LPV+T	
Densidade Aparente	3,925	Densidade Aparente	3,921
Desvio Padrão	0,017	Desvio Padrão	0,047
Nº amostras	16	Nº amostras	15
Graus de Liberdade	15	Graus de Liberdade	14
$t_{\alpha/2}$ (IC 95%)	2,120	$t_{\alpha/2}$ (IC 95%)	2,145
Incerteza expandida	0,009	Incerteza expandida	0,026

## APÊNDICE C – CÁLCULOS DA ESTATÍSTICA DE WEIBULL

LPV+T						
CP	$\sigma$ (ord) (MPa)	$\ln \sigma$ ord	Pf	1/(1-Pf)	$\ln \ln 1/(1-Pf)$	Pf
1	340,45	5,8303	1,6667	1,0169	-4,0860	0,0167
2	364,76	5,8993	5,0000	1,0526	-2,9702	0,0500
3	364,76	5,8993	8,3333	1,0909	-2,4417	0,0833
4	372,87	5,9212	11,6667	1,1321	-2,0870	0,1167
5	372,87	5,9212	15,0000	1,1765	-1,8170	0,1500
6	372,87	5,9212	18,3333	1,2245	-1,5969	0,1833
7	372,87	5,9212	21,6667	1,2766	-1,4098	0,2167
8	389,08	5,9638	25,0000	1,3333	-1,2459	0,2500
9	397,19	5,9844	28,3333	1,3953	-1,0992	0,2833
10	397,19	5,9844	31,6667	1,4634	-0,9656	0,3167
11	405,29	6,0046	35,0000	1,5385	-0,8422	0,3500
12	405,29	6,0046	38,3333	1,6216	-0,7269	0,3833
13	405,29	6,0046	41,6667	1,7143	-0,6180	0,4167
14	413,40	6,0244	45,0000	1,8182	-0,5144	0,4500
15	421,51	6,0438	48,3333	1,9355	-0,4150	0,4833
16	429,61	6,0629	51,6667	2,0690	-0,3188	0,5167
17	437,72	6,0816	55,0000	2,2222	-0,2250	0,5500
18	437,72	6,0816	58,3333	2,4000	-0,1330	0,5833
19	445,82	6,0999	61,6667	2,6087	-0,0420	0,6167
20	445,82	6,0999	65,0000	2,8571	0,0486	0,6500
21	453,93	6,1179	68,3333	3,1579	0,1397	0,6833
22	462,03	6,1356	71,6667	3,5294	0,2320	0,7167
23	462,03	6,1356	75,0000	4,0000	0,3266	0,7500
24	462,03	6,1356	78,3333	4,6154	0,4249	0,7833
25	470,14	6,1530	81,6667	5,4545	0,5285	0,8167
26	470,14	6,1530	85,0000	6,6667	0,8500	0,8500
27	478,25	6,1701	88,3333	8,5714	0,7647	0,8833
28	494,46	6,2035	91,6667	12,0000	0,9102	0,9167
29	494,46	6,2035	95,0000	20,0000	1,0972	0,9500
30	494,46	6,2035	98,3333	60,0000	1,4096	0,9833



LPR+T						
CP	$\sigma$ (ord) (MPa)	$\ln \sigma$ ord	Pf	1/(1-Pf)	$\ln \ln 1/(1-Pf)$	Pf
1	313,04	5,7463	1,6129	1,0164	-4,1190	0,0161
2	345,99	5,8464	4,8387	1,0508	-3,0038	0,0484
3	354,22	5,8699	8,0645	1,0877	-2,4759	0,0806
4	354,22	5,8699	11,2903	1,1273	-2,1219	0,1129
5	362,46	5,8929	14,5161	1,1698	-1,8525	0,1452
6	362,46	5,8929	17,7419	1,2157	-1,6332	0,1774
7	370,70	5,9154	20,9677	1,2653	-1,4468	0,2097
8	378,94	5,9374	24,1935	1,3191	-1,2838	0,2419
9	387,17	5,9589	27,4194	1,3778	-1,1380	0,2742
10	387,17	5,9589	30,6452	1,4419	-1,0053	0,3065
11	403,65	6,0005	33,8710	1,5122	-0,8829	0,3387
12	411,89	6,0208	37,0968	1,5897	-0,7688	0,3710
13	420,13	6,0406	40,3226	1,6757	-0,6612	0,4032
14	428,36	6,0600	43,5484	1,7714	-0,5590	0,4355
15	428,36	6,0600	46,7742	1,8788	-0,4610	0,4677
16	436,60	6,0790	50,0000	2,0000	-0,3665	0,5000
17	436,60	6,0790	53,2258	2,1379	-0,2746	0,5323
18	436,60	6,0790	56,4516	2,2963	-0,1848	0,5645
19	444,84	6,0977	59,6774	2,4800	-0,0962	0,5968
20	444,84	6,0977	62,9032	2,6957	-0,0084	0,6290
21	444,84	6,0977	66,1290	2,9524	0,0794	0,6613
22	469,55	6,1518	69,3548	3,2632	0,1678	0,6935
23	469,55	6,1518	72,5806	3,6471	0,2577	0,7258
24	477,79	6,1692	75,8065	4,1333	0,3500	0,7581
25	486,03	6,1863	79,0323	4,7692	0,4461	0,7903
26	486,03	6,1863	82,2581	5,6364	0,8226	0,8226
27	510,74	6,2359	85,4839	6,8889	0,6575	0,8548
28	518,98	6,2519	88,7097	8,8571	0,7799	0,8871
29	518,98	6,2519	91,9355	12,4000	0,9233	0,9194
30	518,98	6,2519	95,1613	20,6667	1,1081	0,9516
31	527,22	6,2676	98,3871	62,0000	1,4176	0,9839



Thomazi (2014)						
CP	$\sigma$ (ord) (MPa)	$\ln \sigma$ ord	Pf	$1/(1-Pf)$	$\ln \ln 1/(1-Pf)$	Pf
1	234,41	5,4571	1,6667	1,0169	-4,0860	0,0167
2	260,46	5,5624	5,0000	1,0526	-2,9702	0,0500
3	269,14	5,5952	8,3333	1,0909	-2,4417	0,0833
4	269,14	5,5952	11,6667	1,1321	-2,0870	0,1167
5	277,82	5,6270	15,0000	1,1765	-1,8170	0,1500
6	303,87	5,7166	18,3333	1,2245	-1,5969	0,1833
7	303,87	5,7166	21,6667	1,2766	-1,4098	0,2167
8	312,55	5,7448	25,0000	1,3333	-1,2459	0,2500
9	312,55	5,7448	28,3333	1,3953	-1,0992	0,2833
10	329,91	5,7988	31,6667	1,4634	-0,9656	0,3167
11	329,91	5,7988	35,0000	1,5385	-0,8422	0,3500
12	329,91	5,7988	38,3333	1,6216	-0,7269	0,3833
13	347,28	5,8501	41,6667	1,7143	-0,6180	0,4167
14	347,28	5,8501	45,0000	1,8182	-0,5144	0,4500
15	355,96	5,8748	48,3333	1,9355	-0,4150	0,4833
16	373,32	5,9224	51,6667	2,0690	-0,3188	0,5167
17	399,37	5,9899	55,0000	2,2222	-0,2250	0,5500
18	408,05	6,0114	58,3333	2,4000	-0,1330	0,5833
19	416,73	6,0324	61,6667	2,6087	-0,0420	0,6167
20	425,41	6,0531	65,0000	2,8571	0,0486	0,6500
21	425,41	6,0531	68,3333	3,1579	0,1397	0,6833
22	434,09	6,0733	71,6667	3,5294	0,2320	0,7167
23	442,78	6,0931	75,0000	4,0000	0,3266	0,7500
24	442,78	6,0931	78,3333	4,6154	0,4249	0,7833
25	460,14	6,1315	81,6667	5,4545	0,5285	0,8167
26	460,14	6,1315	85,0000	6,6667	0,8500	0,8500
27	460,14	6,1315	88,3333	8,5714	0,7647	0,8833
28	468,82	6,1502	91,6667	12,0000	0,9102	0,9167
29	477,50	6,1686	95,0000	20,0000	1,0972	0,9500
30	486,19	6,1866	98,3333	60,0000	1,4096	0,9833

