

**UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL**  
**PRÓ-REITORIA DE PESQUISA, INOVAÇÃO E DESENVOLVIMENTO**  
**TECNOLÓGICO**  
**COORDENADORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA -**  
**MESTRADO PROFISSIONAL**

**INFLUÊNCIA DO CICLO DE RESFRIAMENTO DO MOLDE NA OBTENÇÃO DE**  
**DISCOS CERÂMICOS POR INJEÇÃO EM BAIXA PRESSÃO**

**EDUARDO THOMAZI**

**CAXIAS DO SUL**

**2014**

**EDUARDO THOMAZI**

**INFLUÊNCIA DO CICLO DE RESFRIAMENTO DO MOLDE NA OBTENÇÃO DE  
DISCOS CERÂMICOS POR INJEÇÃO EM BAIXA PRESSÃO**

Dissertação apresentada como requisito para a  
obtenção do título de Mestre em Engenharia  
Mecânica pela Universidade de Caxias do Sul.  
Área de concentração: Projeto e fabricação.

Orientador: Prof. PhD. Carlos A. Costa.  
Coorientadora: Profa. Dra. Janete E. Zorzi

**CAXIAS DO SUL**

**2014**

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)  
Universidade de Caxias do Sul  
UCS - BICE - Processamento Técnico

T465i Thomazi, Eduardo

Influência do ciclo de resfriamento do molde na obtenção de discos cerâmicos por injeção em baixa pressão / Eduardo Thomazi. 2014.  
85 f. : il. ; 30 cm

Apresenta bibliografia.  
Inclui apêndice.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de Caxias do Sul, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica. 2014.

Orientação: Prof. PhD. Carlos A. Costa ; co-orientador: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Janete E. Zorzi

1. Cerâmica - Resfriamento. 2. Alumina. 3. Engenharia Mecânica. I. Título.

CDU 2.ed. : 666.3/.7-046.47

Índice para o catálogo sistemático:

1. Cerâmica - Resfriamento	666.3/.7-046.47
2. Alumina	666.762.11
3. Engenharia Mecânica	621

Catalogação na fonte elaborada pela bibliotecária  
Carolina Machado Quadros – CRB 10/2236.

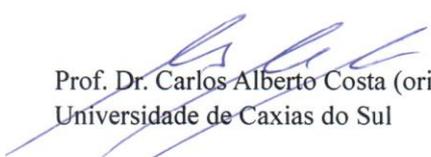
**“Influência do ciclo de resfriamento do molde na obtenção de discos cerâmicos por injeção em baixa pressão”.**

**Eduardo Thomazi**

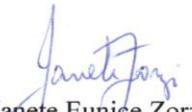
Dissertação de Mestrado submetida à Banca Examinadora designada pelo Colegiado do Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da Universidade de Caxias do Sul, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica, Área de Concentração: Projeto e Fabricação.

Caxias do Sul, 26 de fevereiro de 2014.

Banca Examinadora:



Prof. Dr. Carlos Alberto Costa (orientador)  
Universidade de Caxias do Sul



Profa. Dra. Janete Eunice Zorzi (coorientadora)  
Universidade de Caxias do Sul



Prof. Dr. Robinson Carlos Dudley Cruz  
Universidade de Caxias do Sul



Profa. Dra. Jadna Catafesta  
Universidade de Caxias do Sul



Dr. José Vitório Emiliano  
Qualitech – Qualidade e Tecnologia Ltda.

Dedico este trabalho à minha  
esposa Renata e minha filha  
Marília pelas horas de nosso  
tempo livre cedido para o  
desenvolvimento deste trabalho.  
*“Também amo vocês”!*

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço em primeiro lugar a Deus por ter me propiciado o Dom da vida.

Aos meus pais, Modesto e Aleide, por terem se esforçado tanto para me propiciar uma ótima educação e acreditarem em minhas escolhas.

Ao Prof. Carlos Alberto Costa, pela dedicação em suas orientações para a elaboração deste trabalho, sempre me incentivando e colaborando no desenvolvimento de minhas ideias.

Aos Professores Robinson e Janete pelos apoios, principalmente, na parte experimental deste trabalho.

Ao Técnico do LNTP, Gaston Rossa, por todo o auxílio na medição das amostras.

A Maira Finkler do IMC pelo apoio nos ensaios de resistência mecânica.

A todos os colegas de mestrado, bolsistas e demais pessoas que, de qualquer forma, auxiliaram no desenvolvimento deste trabalho.

## RESUMO

Neste trabalho foi realizado um estudo para identificar a influência do ciclo de resfriamento em peças cerâmicas produzidas pelo processo de moldagem por injeção em baixa pressão. Para os testes foram produzidos dois tipos de discos utilizando uma suspensão cerâmica com 86% em peso de Alumina ( $Al_2O_3$ ) e 14% em peso de veículo orgânico. Um disco com as dimensões de  $\varnothing 80,00 \times 3,00$  mm foi utilizado como peça experimental para análises dimensionais (contração) e geométricas (planicidade e circularidade). Outro disco com as dimensões de  $\varnothing 23,86 \times 1,79$  mm foi utilizado para medições de densidade e resistência à flexão pelo método biaxial de uma esfera sobre três esferas. Três condições de resfriamento foram utilizadas no molde para a fabricação dos discos cerâmicos: baixa taxa de resfriamento, alta taxa de resfriamento (ambos acionados após a injeção da suspensão cerâmica) e resfriamento contínuo durante todo o ciclo de injeção. Os resultados mostraram que a alta taxa de resfriamento obteve a maior resistência à flexão, mas com alta dispersão nos resultados. A condição com baixa taxa de resfriamento obteve maior contração dimensional, maior desvio de planicidade e menor valor de resistência à flexão, porém com menor variação. Utilizando resfriamento contínuo as amostras apresentaram uma densidade com pequena variação, porém as amostras tiveram baixa contração devido a maior compactação da suspensão cerâmica na moldagem.

**Palavras-chaves:** Moldagem por injeção de cerâmicas, alumina, taxa de resfriamento.

## ABSTRACT

This research presents a study which has been developed to identify the influence of cooling cycle on ceramic pieces produced by the process of injection molding of ceramics in low-pressure. For the tests two types of discs using a ceramic suspension with 86 wt% of alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and 14 wt% of organic vehicle were produced. A disk with dimensions of  $\text{Ø}80,00 \times 3,00$  mm has been used as an experimental part for dimensional analysis (shrinkage) and geometric analysis (flatness and roundness). Another disc with dimensions of  $\text{Ø}23,86 \times 1,79$  mm was utilized for measuring density and flexural strength by biaxial method in a ball on three balls. Three cooling conditions were used in the mold for the manufacture of ceramic disc: low rate of cooling, high cooling rate (both initiated after injection of ceramic suspension) and continuous cooling during the injection cycle. The analyses showed that the high rate of cooling had the highest flexural strength but high dispersion in the results. The condition with low cooling rate obtained higher dimensional shrinkage, higher flatness deviation and a lower flexural strength, but with less variation. Using continuous cooling the samples showed a density with lower variation, but the samples had low shrinkage due to higher compression molding of ceramic suspension.

**Keywords:** Injection molding ceramics, alumina, cooling rate;

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Ensaio de Flexão por três pontos .....	22
Figura 2.2 – Ensaio de flexão de uma esfera sobre três esferas: a) dispositivo para ensaio e b) representação geométrica da aplicação da carga .....	23
Figura 2.3 – Etapas do processo de moldagem por injeção de cerâmicas em baixa pressão ...	25
Figura 2.4 – Processo para mistura de matéria-prima do processo MIBP .....	26
Figura 2.5 – Princípio do dispositivo de moldagem por injeção a baixa pressão .....	28
Figura 2.6 – Exemplo de curva de temperatura versus tempo para remoção do veículo orgânico e sinterização .....	32
Figura 2.7 – Diagrama tempo versus temperatura para remoção do veículo orgânico de (•) peças cerâmicas finas, (▲) peças cerâmicas espessas e (▽) peças cerâmicas muito espessas	32
Figura 3.1 – Modelos para injeção com canal de alimentação e escapes de ar .....	37
Figura 3.2 – Projeto do molde experimental, a) circuito de refrigeração e b) encaixe das cavidades .....	38
Figura 3.3 – Molde experimental em corte.....	39
Figura 3.4 – Disposição das saídas de ar nas cavidades do molde experimental, a) disco maior e b) disco menor .....	39
Figura 3.5 – Cortes no projeto do molde, a) corte A-A e b) corte B-B .....	40
Figura 3.6 – Sistema de entrada e saída dos circuitos de refrigeração .....	41
Figura 3.7 – Curvas de temperaturas utilizadas nas condições de processo.....	43
Figura 3.8 – Curvas de temperatura dos processos pós-injeção .....	44
Figura 3.9 – Posição das medições no disco maior .....	45
Figura 3.10 – Dispositivo para fixar amostras. a) Vista Esquemática e b) Fotografia do dispositivo com as esferas montadas .....	47
Figura 4.1 – Curvas de temperaturas da condição 1 .....	48
Figura 4.2 – Curvas de temperaturas da condição 2.....	49
Figura 4.3 – Curvas de temperaturas da condição 3.....	50
Figura 4.4 – Defeito visualizado após a pré-sinterização a 1000 °C em amostras do disco grande onde houve baixa remoção de V.O. na etapa anterior .....	52
Figura 4.5 – Contração dimensional do disco grande em cada fase do processo.....	53
Figura 4.6 – Planicidade das amostras do disco grande em cada fase do processo.....	54
Figura 4.7 – Circularidade das amostras do disco grande em cada fase do processo .....	55
Figura 4.8 – Densidade a verde e sinterizada dos discos pequenos .....	58
Figura 4.9 – Resistência à flexão dos disco pequenos.....	58

## LISTA DE TABELAS

Tabela 2.1 - Exemplo de aplicações da alumina agrupadas por área. ....	20
Tabela 2.2 – Valores de propriedades mecânicas para a $\alpha$ -Alumina sinterizada .....	20
Tabela 2.3 – Resumo de parâmetros utilizados em trabalhos anteriores.....	30
Tabela 3.1 – Componentes do veículo orgânico .....	35
Tabela 3.2 – Componentes da suspensão cerâmica.....	36
Tabela 3.3 – Condições de injeção das amostras.....	42
Tabela 4.1 – Redução de massa nos processos pós-injeção para os discos grandes .....	51
Tabela 4.2 – Redução de massa nos processos pós-injeção para os discos pequenos.....	52
Tabela 4.3 – Densidade a verde e sinterizada dos discos pequenos .....	57
Tabela 4.4 – Tipo de ruptura x condição de injeção.....	59

## LISTA DE SIGLAS

ASTM	<i>American Society for Testing and Materials</i>
B3B	<i>Ball on three ball test</i>
HPIM	<i>High-pressure injection molding</i>
ICC	<i>International Congress on Ceramic</i>
IMC	Instituto de Materiais Cerâmicos
LNTP	Laboratório de Novas Tecnologias de Produção
LMCer	Laboratório de materiais cerâmicos
LMCer2	Laboratório de materiais cerâmicos 2
LPIM	<i>Low-pressure injection molding</i>
MIAP	Moldagem por injeção em alta pressão
MIBP	Moldagem por injeção em baixa pressão
MIM	<i>Metal Injection Molding</i>
MIP	Moldagem por injeção de pós
PGMAT	Pós-graduação em Materiais
PIM	<i>Powder injection molding</i>
PTFE	Politetrafluoretileno - <i>teflon</i>
UCS	Universidade de Caxias do Sul

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO.....</b>	<b>14</b>
1.1	Contextualização do trabalho .....	14
1.2	Justificativa.....	16
1.3	Objetivos .....	17
<b>2</b>	<b>FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....</b>	<b>19</b>
2.1	<b>Materiais cerâmicos avançados .....</b>	<b>19</b>
2.1.1	Introdução.....	19
2.1.2	Óxido de Alumínio (Alumina) .....	19
2.1.3	Propriedades Mecânicas da Alumina .....	20
2.1.4	Avaliação das Propriedades Mecânicas em Peças de Cerâmicas Avançadas ...	21
2.2	<b>Processo de injeção de cerâmicas em baixa pressão .....</b>	<b>24</b>
2.2.1	Introdução.....	24
2.2.2	Princípio do Processo .....	24
2.2.3	Seleção e Preparação da Matéria-Prima .....	25
2.2.4	Injeção em Baixa Pressão .....	27
2.2.5	Variáveis do Processo de Injeção em Baixa Pressão.....	30
2.2.6	Remoção do Veículo Orgânico e Sinterização .....	31
2.2.7	Defeitos em Peças Cerâmicas Moldadas por Injeção .....	33
<b>3</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>35</b>
3.1	<b>Suspensão Cerâmica .....</b>	<b>35</b>
3.2	<b>Geometria Experimental para injeção.....</b>	<b>36</b>
3.3	<b>Molde experimental para injeção .....</b>	<b>37</b>
3.3.1	Concepção e Projeto .....	37
3.3.2	Monitoramento das Temperaturas do Molde .....	40
3.3.3	Método de Refrigeração do Molde.....	41
3.4	<b>Condições de injeção para o experimento .....</b>	<b>42</b>
3.4.1	Preparação das Amostras.....	43
3.5	<b>Remoção do veículo orgânico e sinterização .....</b>	<b>44</b>
3.6	<b>Medições e análises .....</b>	<b>44</b>
3.6.1	Planicidade, Circularidade e Contração.....	44
3.6.2	Densidade a Verde e Sinterizada .....	45
3.6.3	Resistência à Flexão .....	46
<b>4</b>	<b>ANÁLISE DOS RESULTADOS E DISCUSSÃO.....</b>	<b>48</b>
4.1	<b>Introdução .....</b>	<b>48</b>
4.2	<b>Temperatura do Molde.....</b>	<b>48</b>

<b>4.3</b>	<b>Massas das Amostras.....</b>	<b>51</b>
<b>4.4</b>	<b>Análise Dimensional e Geométrica.....</b>	<b>53</b>
4.4.1	Contração das Amostras .....	53
4.4.2	Planicidade .....	54
4.4.3	Circularidade .....	55
4.4.4	Análise Comparativa dos Resultados Dimensionais e Geométricos .....	55
<b>4.5</b>	<b>Análise da Densidade e Resistência Mecânica.....</b>	<b>56</b>
4.5.1	Densidade a Verde e Sinterizada .....	57
4.5.2	Resistência à Flexão pelo Método de uma Esfera sobre Três Esferas ( <i>ball on three ball</i> ).....	58
4.5.3	Análise Comparativa entre as Densidades e a Resistência.....	59
<b>4.6</b>	<b>Análise Estatística dos Resultados.....</b>	<b>60</b>
<b>5</b>	<b>CONCLUSÕES.....</b>	<b>62</b>
<b>6</b>	<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>64</b>
	<b>Apêndice A – Símbolos e Abreviaturas .....</b>	<b>67</b>
	<b>Apêndice B – Análise Dimensional e Geométrica.....</b>	<b>68</b>
	<b>Apêndice C – Análise da Densidade (a verde e sinterizada) e da Resistência à Flexão ...</b>	<b>74</b>
	<b>Apêndice D – Amostras Fraturadas.....</b>	<b>83</b>

# 1 INTRODUÇÃO

## 1.1 CONTEXTUALIZAÇÃO DO TRABALHO

Historicamente, os materiais cerâmicos precedem os materiais metálicos, pois materiais cerâmicos foram encontrados por arqueólogos e estão entre os mais antigos fabricados pelo homem. A substituição de componentes confeccionados a partir de materiais metálicos por componentes fabricados com materiais cerâmicos, devido ao seu bom desempenho químico e térmico, justificam as pesquisas em materiais cerâmicos (VAN VLACK, 1973).

A indústria de cerâmicas avançadas é fundamentalmente diferente de outras devido à sua maior diversidade, sua maior interdisciplinaridade, suas diferentes tecnologias de processamento e a variedade nas aplicações.

No primeiro Congresso Internacional sobre Cerâmica (*ICC – International Congress on Ceramic*), realizado em Toronto em 2006, pesquisadores e engenheiros concordaram que as cerâmicas avançadas têm um grande impacto na resposta aos desafios e necessidades futuras, pois elas possuem uma grande capacidade de solucionar problemas em grandes mercados, como: eletrônicos, geração de energia e meio ambiente, de armazenamento e transporte, processamento e fabricação e em saúde e segurança (RÖDEL, 2009).

Em países como EUA, Reino Unido, Japão e Alemanha o desafio do mercado de cerâmicas avançadas é fazer com que esses materiais sejam rentáveis e superem outros materiais em aplicações que exijam confiabilidade em altas temperaturas, além de outras propriedades exclusivas das cerâmicas avançadas. Dentro dos desafios para este setor encontram-se os relacionados com os processos de fabricação dos produtos cerâmicos, principalmente no que tange a confiabilidade de obtenção das peças finais. Como as etapas finais no processo de fabricação das peças cerâmicas, como por exemplo, remoção do veículo orgânico e a sinterização, podem ser demoradas e caras, tem sido dada atenção às etapas anteriores visando minimizar as propagações de falhas (RÖDEL, 2009).

Existem diferentes processos para fabricação de cerâmicas avançadas, entre eles destacam-se: prensagem uniaxial (*Uniaxial-Pressing*), prensagem a quente (*Hot Pressing*), prensagem isostática a quente e a frio (*Cold Isostatic e Hot Isostatic Pressing*), colagem de barbotina (*Slip Casting*), colagem de fita (*Tape Casting*), extrusão (*Extrusion*), moldagem por injeção (*Injection Molding*), colagem de gel (*Gel Casting* ou *Gel Forming*), além de alguns processos que utilizam a prototipagem rápida, a qual abrange uma variada classe de técnicas (BARBIERI, 2011). Em 2009 cerca de 330 empresas de todo o mundo utilizavam a

moldagem por injeção de pós – MIP (*Powder Injection Molding – PIM*). Mais de 70% destas empresas praticam a moldagem por injeção de pó metálico (*MIM – Metal Injection Molding*), 5% de empresas produzem misturas de metais, cerâmicas e carbonetos e os 25% restantes produzem componentes cerâmicos através da moldagem por injeção. Em comparação com o processo MIM, a moldagem por injeção de cerâmicas tende a produzir componentes de maior dimensão e maior valor agregado (MORITZ, LENK, 2009).

O processo de injeção destaca-se no mercado de polímeros por ser muito produtivo, robusto e confiável na reprodutibilidade, além de ter um custo operacional baixo para grandes produções. Esta tecnologia também pode ser aplicada, de forma muito semelhante, para materiais cerâmicos, onde é chamada de Moldagem por Injeção de Pós (MIP) e utiliza a vantagem de moldar peças através de injeção utilizando metais ou cerâmicas em pó como matéria-prima. No caso das cerâmicas, este processo combina, por exemplo, uma pequena quantidade de um polímero (veículo orgânico) com um pó inorgânico, para conformar a peça a ser moldada. Depois de conformado, o veículo orgânico é extraído através de tratamentos térmicos e na etapa seguinte a peça é sinterizada. Conseqüentemente, o processo MIP proporciona uma tecnologia de moldagem que até pouco tempo atrás era restrita aos polímeros (GERMAN, BOSE, 1997).

A MIP possui algumas vantagens, entre elas, baixo custo de produção, possibilidade de moldar formas complexas, tolerâncias dimensionais finas, aplicabilidade para diversos materiais e ótimas propriedades (mecânicas, químicas e físicas) finais, sendo que, aplicações de sucesso dependem das combinações balanceadas desses atributos (GERMAN, BOSE, 1997).

Um dos objetivos deste trabalho é a fabricação de componentes cerâmicos, confeccionados através do processo de moldagem por injeção de cerâmicas em baixa pressão (MIBP), com especial atenção ao processo e suas variáveis. Este processo possui diversas vantagens, que serão apresentadas a seguir.

A moldagem por injeção de materiais cerâmicos pode ser ainda classificada em alta pressão (MIAP, do inglês: *High-pressure Injection Molding - HPIM*) (>50MPa) ou baixa pressão (MIBP, do inglês: *Low-pressure Injection Molding - LPIM*) (0,1 a 1 MPa) (MÜLLER et al., 2005). Na moldagem com alta pressão, os polímeros que são normalmente utilizados como veículo orgânico, são capazes de conferir rigidez à peça moldada. Por outro lado, o maior peso molecular dos polímeros dificulta sua remoção em peças espessas, tornando o processo de remoção do ligante (*debinding*) extremamente lento. A moldagem por injeção em baixa pressão utiliza ceras como ligante principal, como por exemplo a parafina, que possuem

cadeias mais curtas e conferem maior isotropia a mistura (ZORZI et al., 2004). Ainda como vantagens do processo de MIBP pode-se citar: a possibilidade de moldagem utilizando baixas temperaturas (entre 60 e 100°C), permitir a utilização de um equipamento muito simples e de baixo custo que utiliza ar comprimido para injeção, possibilitar a confecção de moldes utilizando materiais macios e de fácil usinagem, como termoplásticos (usinados ou por prototipagem rápida), alumínio e latão, além de permitir a injeção de componentes com tempos de ciclo menores do que um minuto (MÜLLER et al., 2005; ZORZI et al., 2004; RICHERSON, 2006).

Todas estas vantagens tornam o MIBP um processo competitivo no meio industrial e o melhor entendimento do grau de influência das variáveis nesse processo é fundamental para aplicação do mesmo na indústria, permitindo o mínimo refugo de peças e viabilizando a produção em grande escala.

## 1.2 JUSTIFICATIVA

A produção de peças confeccionadas com cerâmicas avançadas aparece como um desafio para a indústria, não apenas pelo material utilizado, mas também pelos processos utilizados na produção destas peças.

Como citado anteriormente, as cerâmicas avançadas são aplicadas em diversos segmentos e a maior parte das aplicações exige produção em grande escala. Para tal, o foco deste trabalho é o processo de moldagem por injeção em baixa pressão, pois além de possibilitar ciclos de produção com tempos pequenos, ainda pode-se garantir pequena variação no processo, precisão dimensional, além de componentes com benefícios exclusivos dos materiais cerâmicos.

A literatura referente a MIBP, normalmente, discute com maior ênfase os processos de preparação da matéria-prima (*feedstock*) e os processos de tratamentos térmicos (*debinding* e sinterização). Porém, no que diz respeito ao processo de injeção, a mesma é limitada. Como grande parte dos defeitos (gerados na injeção) são verificados apenas após os tratamentos térmicos (que são caros e lentos), um dos objetivos deste trabalho é apresentar um maior esclarecimento sobre os efeitos do ciclo de refrigeração do molde, para reduzir os defeitos, como trincas e rupturas, nas etapas de pós-processamento e melhorar a qualidade dimensional e estrutural das peças injetadas em baixa pressão.

Com base nisso, este trabalho apresenta uma revisão resumida das variáveis de processo, com seus respectivos autores, pois como já foi dito, a consideração da influência destes fatores de processamento dificilmente é encontrada em fontes de literatura recentes.

Como objetivo principal, será abordado o efeito dos parâmetros de aquecimento e resfriamento do molde sob as propriedades da peça final. Para isso, foram estudadas como variáveis: a temperatura do molde no momento da injeção e o ciclo de resfriamento utilizado no molde.

Os problemas deste processo estão geralmente relacionados a aspectos geométricos e de resistência mecânica, os quais dependem de fatores como: geometria do produto, material de confecção do molde, temperatura do molde, pressão e tempo de injeção, temperatura do material a ser injetado e dos processos pós-injeção (remoção do veículo orgânico e sinterização). Devido a isso, serão analisados parâmetros dimensionais (contração), geométricos (circularidade e planicidade), bem como, estruturais (densidade e resistência mecânica).

### 1.3 OBJETIVOS

Para a realização desse trabalho foi determinado como objetivo geral avaliar a influência do ciclo de resfriamento do molde nas propriedades finais (estruturais, geométricas e dimensionais) de peças cerâmicas injetadas pelo processo de baixa pressão.

A partir do objetivo geral foram delineados os seguintes objetivos específicos:

- I. Analisar e identificar as variáveis do processo de injeção em baixa pressão, a fim de estabelecer as variáveis de estudo;
- II. Definir um experimento que possibilite a fabricação controlada de amostras de peças cerâmicas para posterior análises;
- III. Elaborar um procedimentos que permita a análise das propriedades dimensionais (contração), geométricas (planicidade e circularidade) e mecânicas (resistência a flexão e densidade);
- IV. Analisar os resultados finais com relação às fases subsequentes do processo de injeção, i.e. nas peças a verde, após a remoção do veículo orgânico, após a pré-sinterização e após a sinterização para avaliar as propriedades no produto final.

Para atender os objetivos do trabalho foi elaborada uma revisão bibliográfica (Capítulo 2) que será composta pelos seguintes temas: óxido de alumínio, propriedades dos materiais cerâmicos avançados e o processo de moldagem por injeção em baixa pressão. O Capítulo 3 aborda os procedimentos utilizados para projeto do molde e definição dos processos de injeção que serão utilizados para compor a base de dados relevantes à pesquisa, além dos materiais e equipamentos utilizados. No Capítulo 4, serão discutidos os resultados obtidos,

relacionando as variáveis de processo com as propriedades dimensionais, geométricas e mecânicas verificadas no produto final. E por fim, no Capítulo 5 são apresentadas as conclusões gerais e específicas deste trabalho, além de sugestões e recomendações para trabalhos futuros.

## **2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA**

### **2.1 MATERIAIS CERÂMICOS AVANÇADOS**

#### **2.1.1 Introdução**

Cerâmicas são materiais, em geral, de natureza cristalina (os vidros são amorfos), com escassez de elétrons livres. Elas possuem uma alta resistividade elétrica, são muito estáveis química e termicamente, e em geral apresentam um ponto de fusão elevado (HARPER, 2001). Embora, os materiais cerâmicos sob tensão mecânica comportem-se de maneira diferente dos metais, são utilizados em diversas aplicações estruturais de engenharia (VAN VLACK, 1973).

Um crescimento significativo pode ser observado, nos últimos anos, com relação as cerâmicas avançadas (CARTER, NORTON, 2007). O desenvolvimento de novas cerâmicas começou a estabelecer um nicho de destaque nas tecnologias avançadas (CALLISTER, 2006). Para a utilização destes materiais em componentes estruturais, a fratura frágil, é o fator que limita a confiabilidade. Em particular, as propriedades elétricas, magnéticas e ópticas têm sido exploradas em uma série de novos produtos. Além disso, as cerâmicas avançadas são utilizados 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, 2006).

#### **2.1.2 Óxido de Alumínio (Alumina)**

Dentre as cerâmicas avançadas, a alumina é a mais utilizada e estudada. A relativa abundância e o baixo custo a tornam vantajosa em aplicações comerciais. Entre as características desejáveis estão a estabilidade e a resistência em altas temperaturas (MUNRO, 1997). 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).

Pode-se encontrar várias aplicações para a alumina de acordo com a sua compactação (densidade) e porosidade. As principais áreas de aplicação podem ser agrupadas como mostrado na Tabela 2.1. Um dos principais objetivos da pesquisa e desenvolvimento com materiais cerâmicos é produzir materiais resistentes e com resultados confiáveis. A tenacidade à fratura destes materiais ainda é baixa, se comparada com metais e compósitos, mas estes valores ainda são amplamente utilizados para caracterizar cerâmicas e outros materiais frágeis (ĆURKOVIĆ et al., 2007).

Tabela 2.1 - Exemplo de aplicações da alumina agrupadas por área.

% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Porosidade	Área de aplicação
> 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)

### 2.1.3 Propriedades Mecânicas da Alumina

A Tabela 2.2 apresenta as diferenças entre as propriedades para cada uma das respectivas faixas de temperatura. A caracterização realizada por Munro (1997), utiliza a  $\alpha$ -alumina com densidade  $\geq 99,5$  % e um tamanho nominal de grão de 5  $\mu\text{m}$ . Os valores entre parênteses correspondem a tolerância dos valores em relação aos algarismos significativos, por exemplo, onde se lê 3,0 (5) significa  $3,0 \pm 0,5$ .

Tabela 2.2 – Valores de propriedades mecânicas para a  $\alpha$ -Alumina sinterizada

Propriedades	Temperatura (°C)					
	20	500	1000	1200	1400	1500
Resistência a compressão (GPa)	3,0 (5)	1,6	0,7	0,4	0,3	0,28
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	3,984 (2)	3,943	3,891	3,868	3,845	3,834
Módulo de elasticidade (GPa)	416(30)	390	364	354	343	338
Resistência a Flexão (MPa)	380(50)	375	345	300	210	130
Dureza Vickers, 1kg (GPa)	15(2)	8,5	4,6	3,7	2,9	2,5
Coeficiente de Poisson	0,231(1)	0,237	0,244	0,247	0,250	0,252
Módulo de Cisalhamento (GPa)	169(1)	158	146	142	137	135
Calor específico (J . kg <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )	755(15)	1165	1255	1285	1315	1330
Resistência à tração (MPa)	267(30)	267	243	140	22	13
Condutividade Térmica (W . m <sup>-1</sup> . K <sup>-1</sup> )	33(2)	11,4	7,22	6,67	6,34	6,23
Módulo de Weibull	11(2)	11	11	11	11	11

Fonte: Adaptado de MUNRO (1997)

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

### 2.1.4.1 Porosidade

Para a maioria dos processos de fabricação de peças cerâmicas o material de origem encontra-se na forma de pó. Após a compactação ou conformação destas partículas na forma desejada, existirão poros ou espaços vazios entre as partículas de pó. Durante o processo de sinterização, a maior parte da porosidade será eliminada. Entretanto, frequentemente, a eliminação de poros é incompleta e alguma porosidade residual irá permanecer. Deste modo, o tamanho e a fração volumétrica de poros são fatores importantes e afetam sua resistência. Qualquer porosidade residual terá influência negativa, tanto sobre as propriedades elásticas, quanto sobre a resistência mecânica (CALLISTER, 2006; RICHERSON, 2006; BARBIERI, 2011).

Alguns materiais cerâmicos apresentam módulo de elasticidade alto, porém coeficiente de *Poisson* baixo, quando comparado com os metais. Também se verifica que a porosidade diminui drasticamente o módulo elástico ( $E$ ) das cerâmicas. Um exemplo disso, é comparar a alumina densa que apresenta  $E=410$  GPa, contra a compactada 95% que tem  $E=320$  GPa e compactada 88%, que tem  $E=250$  GPa (MUNZ, FETT, 1999).

A avaliação da porosidade aparente segue a norma ASTM C373-88 que especifica os padrões que devem ser utilizados para os testes (ASTM, 2006).

### 2.1.4.2 Densidade

A densidade é uma característica fundamental de qualquer material e 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 (DINGER, 2005).

A diferença nos tamanhos de partículas nas cerâmicas tende a gerar gradientes de densidade nas peças a verde. Durante a sinterização, as regiões menos densas sofrem maior retração do que aquelas mais densas provocando trincas, distorções e tensões residuais nas peças sinterizadas (COSTA, 1993).

As avaliações da densidade aparente, bem como, absorção de água e porosidade aparente seguem a norma ASTM C373-88, que especifica os padrões que devem ser utilizados para os testes (ASTM, 2006).

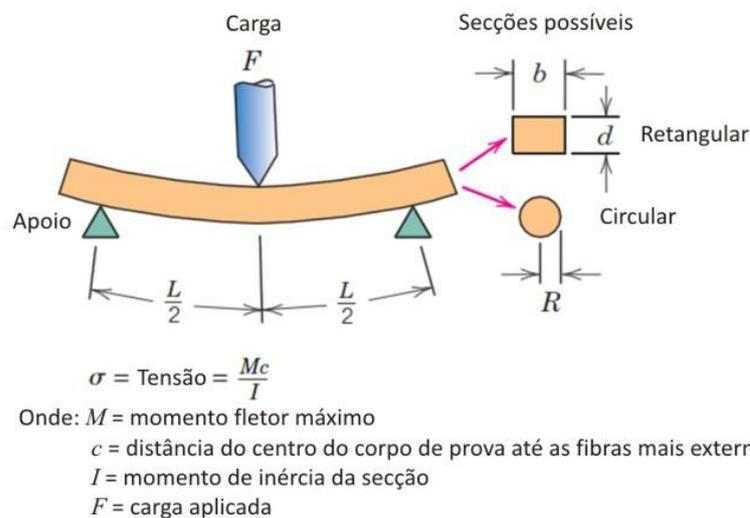
### 2.1.4.3 Resistência Mecânica (Resistência a Flexão)

O comportamento tensão-deformação em materiais cerâmicos não é, em geral, avaliado através de ensaio de tração, pois apresenta dificuldade de preparar e testar amostras

com a geometria exigida, 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, 2006).

Portanto, na maioria das vezes é empregado um ensaio de flexão transversal, onde um corpo-de-prova na forma de uma barra, com seção retangular ou circular, é flexionado até a sua fratura, utilizando a técnica de três ou quatro pontos. Na Figura 2.1 é demonstrada a aplicação do teste por três pontos. Este padrão de ensaio é normatizado pela norma ASTM-C1161 - Método de teste padrão para resistência à flexão de cerâmicas avançadas à temperatura ambiente (“*Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature.*”) (CALLISTER, 2006).

Figura 2.1 – Ensaio de Flexão por três pontos



Fonte: Adaptado de Callister (2006)

Os ensaios de flexão uniaxial, como o ensaio por três ou quatro pontos, apresentam desvantagem em relação aos testes de flexão biaxiais, no que diz respeito a preparação das amostras (acabamento e planicidade) e, por isso, uma série de ensaios biaxiais foram 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 (BÖRGER et al., 2002).

Uma dessas variantes, o teste de resistência biaxial para materiais frágeis utilizando uma esfera sobre três esferas (*B3B – Ball on three ball*) é uma ferramenta útil para o teste de força direta 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 dos amostras é mais fácil, a área de amplitude da tensão máxima de ruptura é medida a partir das bordas da amostra (os

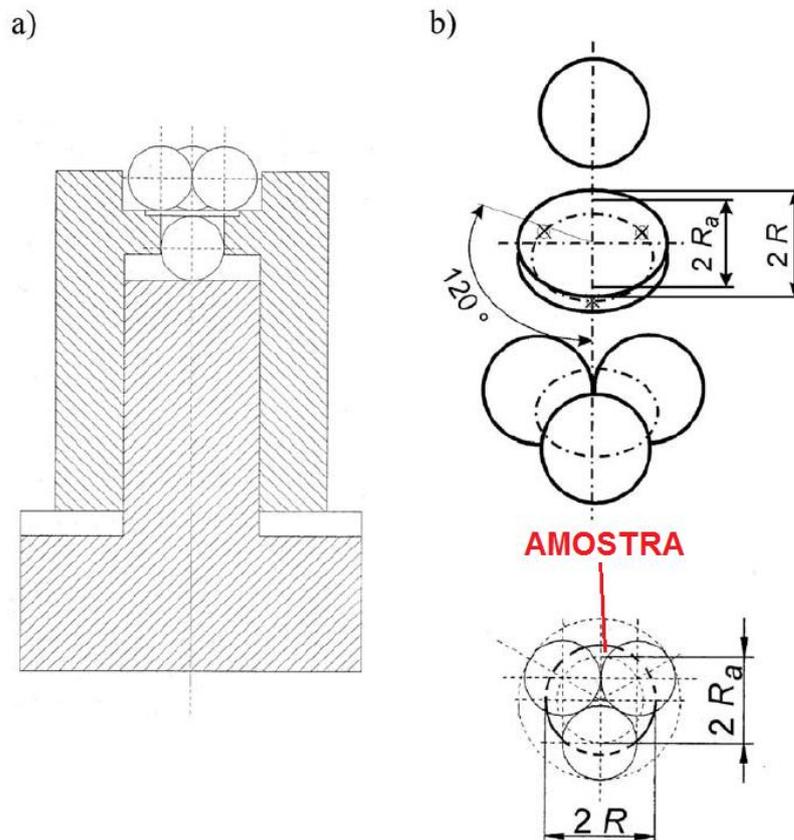
defeitos relacionados a preparação da amostra foram eliminados utilizando este método) e o procedimento de teste pode ser facilmente miniaturizado (BÖRGER et al., 2004).

Neste tipo de ensaio, o campo de tensão no disco não depende das constantes elásticas das esferas de apoio e carga, não depende do módulo de elasticidade do material testado, depende do coeficiente de *Poisson* e a amplitude do campo de tensão que é proporcional à carga aplicada. A tensão máxima de ruptura ( $\tau_{m\acute{a}x.}$ ) é proporcional à força aplicada,  $F$ , e indiretamente proporcional ao quadrado da espessura do disco ( $t$ ) e é dada pela Equação 2.1 (BÖRGER et al., 2004).

$$\tau_{m\acute{a}x.} = f \cdot \frac{F}{t^2} \quad (2.1)$$

O fator  $f$  depende da geometria da carga, da geometria da amostra e do coeficiente de *Poisson* do material das amostras. A primeira relação geométrica da carga é expressa pela relação do raio de apoio para o raio do disco e a segunda pela relação entre a espessura do disco para o raio do disco (BÖRGER et al., 2002). A representação geométrica do sistema é mostrada na Figura 2.2.

Figura 2.2 – Ensaio de flexão de uma esfera sobre três esferas: a) dispositivo para ensaio e b) representação geométrica da aplicação da carga



## 2.2 PROCESSO DE INJEÇÃO DE CERÂMICAS EM BAIXA PRESSÃO

### 2.2.1 Introdução

Esse processo e seus princípios foram desenvolvidos nas décadas de 1950 e 1960 por P.O. Gribovsky na ex-União Soviética e é utilizado com sucesso na fabricação de componentes a partir de cerâmicas avançadas com diferentes composições e para diferentes aplicações (PELTSMAN, 2012). Com este processo os tempos de ciclo podem ser rápidos, proporcionando a produção de grandes volumes e baixo custo de fabricação (RICHERSON, 2006), além de permitir a fabricação de componentes cerâmicos com formas complexas, onde outros processos teriam alto custo ou baixa produtividade (PELTSMAN, 2012). Também, em comparação com outras técnicas, o processo MIBP proporciona um caminho relativamente rápido, de baixo custo para a produção e que tende a eliminar operações subsequentes (MORITZ, LENK, 2009).

### 2.2.2 Princípio do Processo

No processo de moldagem por injeção em baixa pressão, a matéria-prima à base de pó cerâmico é misturada com um veículo orgânico que, geralmente é à base de ceras, como por exemplo, a parafina. Esta mistura é aquecida no tanque da máquina a uma temperatura na qual o veículo orgânico apresenta uma viscosidade baixa o suficiente para permitir o fluxo quando a pressão através de ar comprimido for aplicada. O material viscoso é forçado através de um orifício que conduz à cavidade do molde, e isto ajuda o material a ser compactado e a remover a porosidade. As composições à base de cera podem ser injetadas a uma temperatura (60 a 100 ° C ) e pressão relativamente baixa (entre 300 kPa e 1 MPa). Isso permite a utilização de uma máquina muito simples, de baixo custo, que utiliza ar comprimido para injeção e moldes confeccionados em alumínio (RICHERSON, 2006). Quando a massa cerâmica é resfriada no molde ela solidifica, resultando na formação de um corpo a verde. Após a extração do componente de dentro do molde, ele passa pelas etapas de remoção do veículo orgânico, também conhecido como *debinding*, e em seguida o componente é sinterizado para atingir o formato e as propriedades desejadas (PELTSMAN, 2012).

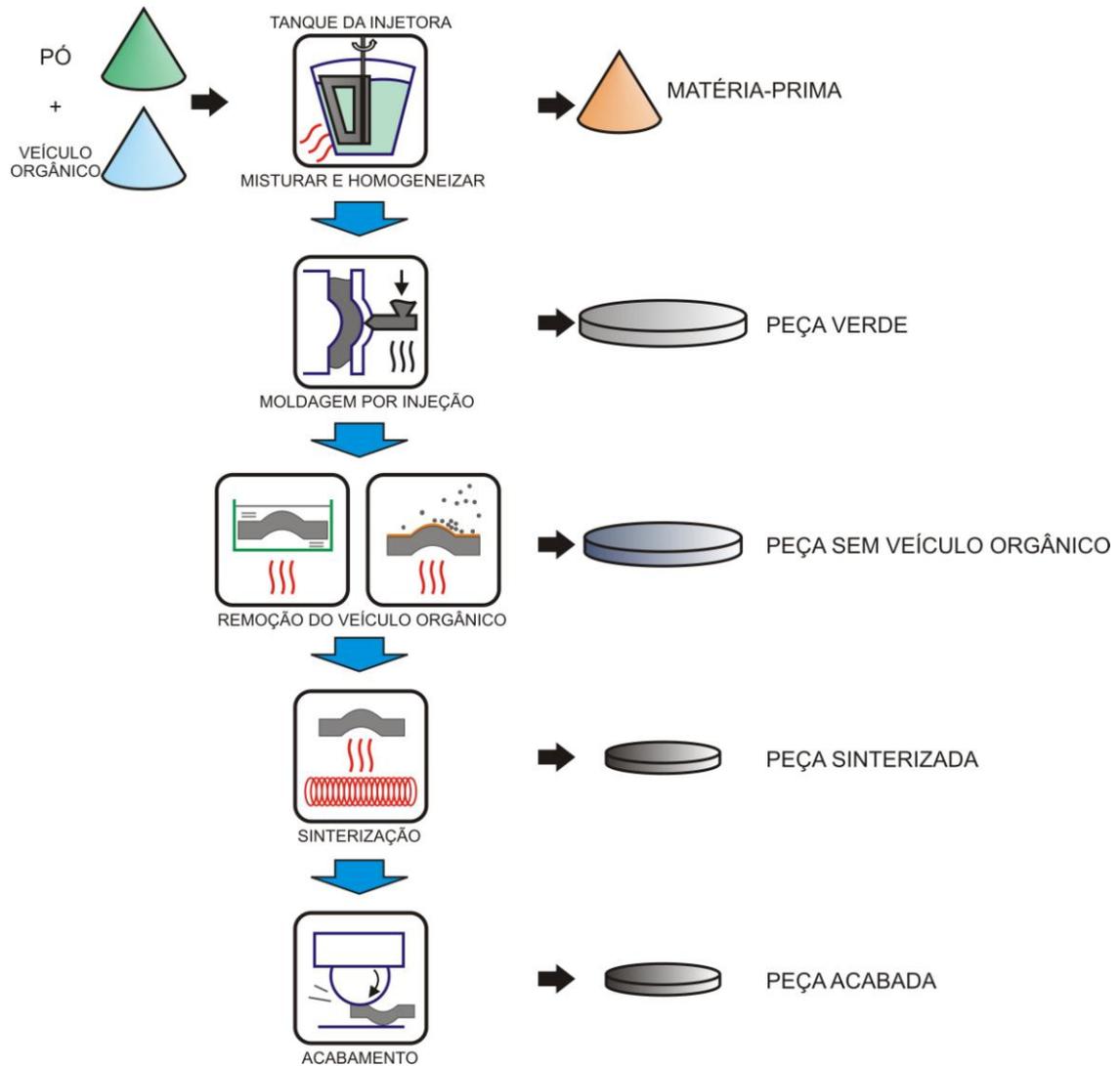
Dentro desse contexto, além de uma etapa final de acabamento que é opcional, o processo MIBP pode ser dividido em quatro etapas distintas e cada uma delas precisa ser desenvolvida de modo que a introdução de defeitos seja mínima (ZHANG et al., 1990; PELTSMAN, 2012). São eles:

- a) Seleção e preparação da matéria-prima (pó cerâmico e veículo orgânico);

- b) Mistura, injeção e extração;
- c) Remoção do veículo orgânico;
- d) Sinterização.

A Figura 2.3 ilustra as etapas do processo em baixa pressão de uma maneira geral e em seguida as etapas serão aprofundadas.

Figura 2.3 – Etapas do processo de moldagem por injeção de cerâmicas em baixa pressão



Fonte: Adaptado de Moritz, Lenk (2009)

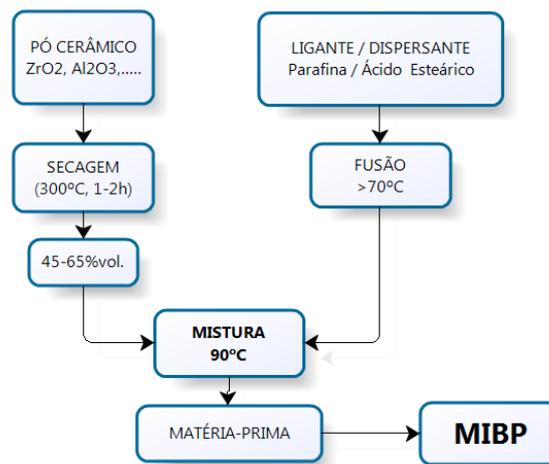
### 2.2.3 Seleção e Preparação da Matéria-Prima

A matéria-prima tem papel primordial no processo de injeção em baixa pressão (KNITTER, 2009); ela é preparada através da mistura do pó cerâmico com um veículo orgânico, geralmente formado por pelo menos um ligante e um dispersante (MÜLLER, 2005).

A mistura a ser utilizada na MIBP tem que preencher algumas condições básicas, como: proporcionar uniformidade na dispersão das partículas de pó e promover um fluxo mais satisfatório para favorecer a uniformidade no preenchimento da cavidade do molde. Geralmente, os veículos orgânicos são constituídos por compostos de baixo peso molecular e alto índice de fluidez. As características de fluidez da mistura, sua moldabilidade e a qualidade da peça final dependem da homogeneidade desta mistura (MUTSUDDY, 1995).

Um veículo orgânico ideal para moldagem por injeção deve ter atributos superiores quanto às características de fluxo e as propriedades de escoamento da matéria-prima devem permitir um bom comportamento reológico para reduzir os defeitos de moldagem (KNITTER, 2009). A parafina fundida apresenta baixa viscosidade e misturas com cargas sólidas (pó) relativamente elevadas podem ser alcançadas. Elevadas cargas sólidas minimizam a contração na sinterização, o que sempre é uma fonte de deformação e um obstáculo para satisfazer tolerâncias finas. Dependendo do tamanho da partícula de pó, da distribuição, morfologia e composição química pode-se alcançar uma quantidade de sólidos na faixa de 45 a 65% (em volume) (MÜLLER, 2005). A Figura 2.4 apresenta um exemplo do processo de mistura.

Figura 2.4 – Processo para mistura de matéria-prima do processo MIBP



Fonte: Adaptado de Müller (2005)

O ligante é o principal componente do veículo orgânico e é adicionado em grandes quantidades para fornecer à mistura as propriedades ligantes e permitir a injeção. Algumas das principais características do ligante incluem: (1) proporcionar fluidez adequada para permitir que o pó preencha a cavidade do molde, (2) manter-se estável sob as condições de mistura e moldagem, (3) proporcionar uma resistência ao pó moldado durante a fase inicial de remoção do ligante, (4), deixar um baixo resíduo durante a sinterização, e (5) ser comercialmente disponível a um custo aceitável (RICHERSON, 2006, MUTSUDDY, 1995).

Este trabalho utilizará na fabricação das amostras de estudo a matéria-prima (suspensão cerâmica) utilizada nos trabalhos de Andreola (2007) e Barbieri (2011), os quais tem sua origem referenciada na tese de doutorado de Zorzi (2001) e são especificados na seção 3.1.

#### **2.2.4 Injeção em Baixa Pressão**

Na injetora, o pó preparado é misturado com o veículo orgânico, baseado em parafina, usando um duplo misturador planetário e é elevado à temperatura que torna esta massa fundida (60 °C a 100 °C). A massa cerâmica deve ser misturada até proporcionar uma distribuição uniforme dos ingredientes sólidos e líquidos, e após, vácuo é aplicado no tanque de mistura para eliminar a presença de bolhas de ar. Segundo Peltsman (2012), o processo de injeção pode ser dividido em três etapas: injeção, solidificação e extração.

A suspensão preparada com propriedades termoplásticas é injetada aplicando-se ar comprimido no material fundido, forçando-o para dentro de moldes desenhados para fornecer as formas exigidas, e depois de solidificado, os corpos formados são removidos dos moldes.

O ciclo de injeção, refrigeração, desmoldagem e montagem do molde é geralmente bastante rápido (a partir de 1 minuto até vários minutos), o que permite produzir até várias centenas de peças por turno de trabalho. Os componentes cerâmicos a verde obtidos por este método devem ser manuseados com cuidado, mas é possível moldar peças com paredes muito finas com furos ou com espessura de parede não uniforme. Se necessário, eles podem ser retrabalhados em máquinas de usinagem (PELTSMAN, 2012).

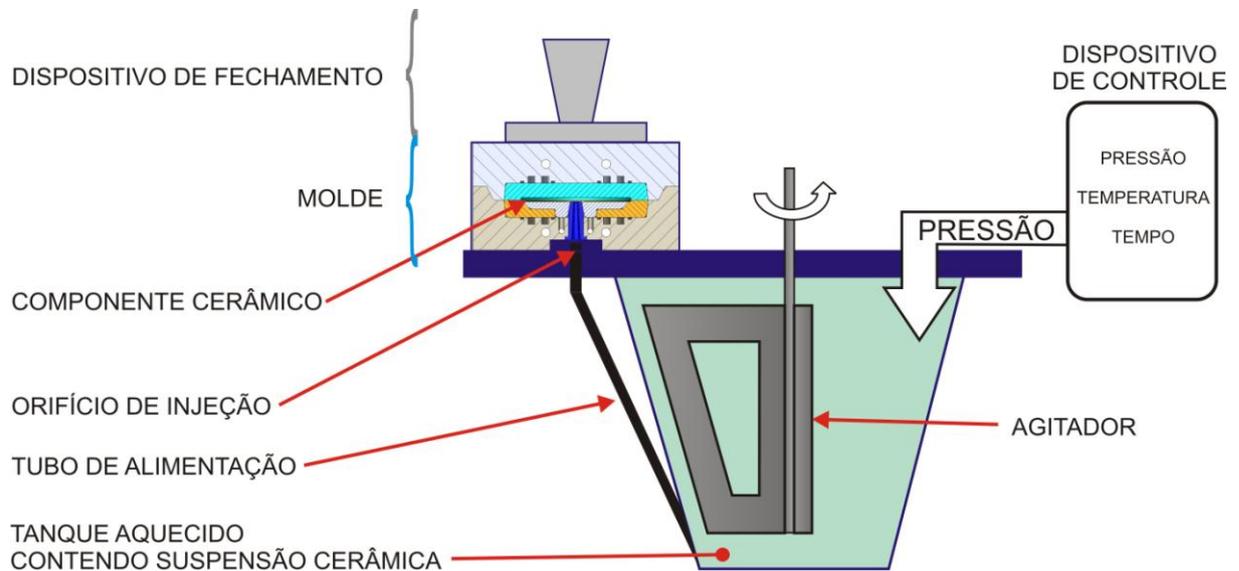
Os principais parâmetros envolvidos são a dinâmica do escoamento da massa injetável, a pressão da massa, a saída de gases, o desgaste das partes críticas, a geometria, o custo de produção e o grau de automação desejado. Para compensar a contração da peça após a sinterização, as cavidades devem ter dimensões superiores à da peça desejada. Esta compensação varia de acordo com o tipo de mistura a ser injetada (ZAMPIERON, 2001).

A moldabilidade da mistura é a característica que controla a etapa de injeção. Uma boa moldabilidade permite a obtenção de peças com formatos complexos e com índices de defeitos aceitáveis. As propriedades reológicas da mistura, ou seja, a variação da viscosidade com a taxa de cisalhamento, são o que definem sua moldabilidade (GERMAN, BOSE, 1997)

O princípio esquemático da preparação da suspensão (mistura) e do dispositivo de injeção é mostrado na Figura 2.5. A máquina de injeção em baixa pressão consiste em um tanque onde o pó cerâmico é misturado ao veículo orgânico aquecido até a temperatura de fusão da suspensão. Após a mistura homogeneizar, é produzido vácuo dentro do tanque para

eliminar o ar existente na mistura. Através da introdução de ar comprimido, a pressão é aplicada e a suspensão cerâmica é pressionada através de um tubo até chegar ao orifício de injeção e em seguida entrar no molde preenchendo as cavidades. No modelo Peltsman MIGL-33 é possível controlar as temperaturas do tanque, do tubo de alimentação e do orifício de injeção individualmente. Para suportar a pressão de injeção durante a injeção, a máquina dispõe de um dispositivo de fechamento (*clamping*) que funciona através do acionamento de um cilindro pneumático e tem a função de manter o molde fechado. Após o componente injetado ser resfriado dentro do molde, o dispositivo de fechamento é destravado e o molde removido para que seja aberto e o componente injetado extraído (PELTSMAN, 2012).

Figura 2.5 – Princípio do dispositivo de moldagem por injeção a baixa pressão



Fonte: Adaptado de Peltsman (2012)

Alguns fatores afetam o processo e devem ser considerados, tais como o projeto do molde, a reologia dos materiais, os parâmetros de injeção, os quais são interligados entre si (RICHERSON, 2006), além das variáveis envolvidas diretamente na injeção, como: temperatura no tanque de mistura, velocidade de injeção, temperatura do molde, pressão de injeção, tempo de injeção, tempo de resfriamento no molde (ZAMPIERON, 2001).

O controle destas variáveis tem por objetivo, não só produzir peças injetadas livres de defeitos, mas também livres de tensões que possam introduzir distorções em etapas posteriores (ERICKSON, AMAYA, 1993; ZAMPIERON, 2001).

Os parâmetros de moldagem podem afetar significativamente as propriedades da cerâmica e o rendimento do processo. Os parâmetros principais são a pressão de injeção, a velocidade de injeção, tempo de injeção, tempo de recalque, a temperatura do molde e o resfriamento de molde (área e direção do resfriamento) (PELTSMAN, 2012).

Alguns parâmetros têm que ser selecionados com base na forma e tamanho do corpo cerâmico e do projeto do molde. Por exemplo, o projeto e dimensionamento do canal de alimentação (*sprue*) afetam o endurecimento do corpo cerâmico injetado. As propriedades e rendimento do processamento são definidas por parâmetros não apenas de moldagem, mas por parâmetros que devem ser especialmente selecionados e otimizados para os diferentes materiais cerâmicos utilizados como matéria-prima (PELTSMAN, 2012).

O aumento da pressão de injeção é utilizado para preencher a cavidade do molde. Isto promove uma compactação do corpo a verde e um conseqüente aumento da densidade, além de tornar a contração mais baixa e estável. No entanto, o aumento da pressão de injeção é eficaz apenas entre 0,5-0,7 MPa (PELTSMAN, 2012). Para pressões maiores, a densidade não aumenta significativamente. A influência da velocidade de injeção sobre a qualidade dos corpos cerâmicos não é muito comum. A velocidade de injeção (normalmente, entre 25-100 cm<sup>3</sup>/s) é definida pela pressão de injeção, projeto do molde (tamanho dos canais) e viscosidade das suspensões. O aumento da temperatura da matéria-prima afeta positivamente a fluidez, preenchendo melhor a cavidade do molde, especialmente no caso dos moldes para componentes de forma complexa. Com a utilização da temperatura entre 60 e 90 °C observa-se menor porosidade (isto é, melhor compactação) e conseqüente redução na contração. No entanto, em temperaturas superiores a 100 °C a parafina começa a evaporar, então, temperaturas elevadas não são recomendadas (PELTSMAN, 2012).

A diferença entre a temperatura do molde e da matéria-prima também é importante. O endurecimento dos corpos ocorre "por camadas", começando a partir da superfície do molde que é, obviamente, mais fria. Quando a temperatura do molde é bastante elevada e a diferença entre as temperaturas é baixa, o endurecimento ocorre lentamente, provocando deformação do corpo injetado e aumento da porosidade. Em alguns casos também pode ocorrer adesão a superfície do molde. No entanto, quando o molde está frio (entre 10 e 15 °C) e a diferença entre as temperaturas é alta (> 50 °C), o endurecimento ocorre "camada por camada", gerando uma peça com porosidade mínima e sem deformações. Neste caso, o preenchimento da cavidade do molde ocorre sem dificuldades e sem endurecimento rápido do canal de alimentação do molde (*sprue*). No entanto, se o corpo cerâmico tem forma complexa e a conseqüente necessidade de utilizar moldes muito complexos, a temperatura do molde deve ser aumentada (por exemplo, de 15 a 20 °C). Isto também reduz as possíveis tensões mecânicas que ocorrem na superfície do corpo cerâmico (PELTSMAN, 2012).

O resfriamento dos moldes durante o processo de moldagem por injeção necessita ser avaliado de acordo com a forma particular dos componentes cerâmicos e o projeto do molde.

A diferença na solidificação dos corpos injetados nos moldes, de acordo com o gradiente de temperatura entre a matéria-prima e o molde, pode ser explicado pelas características da cristalização da parafina. Se a diferença de temperatura entre a matéria-prima e o molde é pequena ocorrendo resfriamento lento da parafina, ocorre a formação de cristais grandes. Como resultado, as camadas exteriores do corpo podem ter quantidades maiores de parafina do que as camadas interiores. Entretanto, se a diferença de temperatura é suficiente, ocorrem pequenos cristais de parafina devido ao rápido endurecimento. Neste caso, a migração de parafina ocorre lentamente e o corpo injetado tem uma melhor distribuição da parafina, reduzindo assim as tensões residuais e, como resultado, tem maior densidade e resistência mecânica. E também, a solidificação lenta dos componentes reduz a produtividade (PELTSMAN, 2012).

### 2.2.5 Variáveis do Processo de Injeção em Baixa Pressão

No experimento estão envolvidos diversos parâmetros com relevância nas propriedades finais das peças injetadas. Na Tabela 2.3 estão listados os parâmetros relacionados com o processo e o molde e um resumo dos dados obtidos em trabalhos anteriores.

Tabela 2.3 – Resumo de parâmetros utilizados em trabalhos anteriores

Parâmetro	Valor utilizado	Referência
Temperatura na mistura (tanque, tubo, orifício)	90 °C	Zorzi (2001) Andreola (2007) Barbieri (2011) Ourique (2012)
Velocidade de injeção	25 a 100 cm <sup>3</sup> /s	Peltsman (2012)
Temperatura do molde no momento da injeção	58 °C 50 °C	Costa et al (2012) Barbieri (2011)
Temperatura do molde no momento da extração	40 °C	Costa et. al (2012)
Pressão de injeção	0,4 a 0,5 MPa	Zorzi (2004), Andreola (2007), Barbieri (2011), Ourique (2012), Costa et al (2012)
	máx. 0,7MPa	Peltsman (2012)
Tempo de injeção	10 a 15 s	Zorzi (2004), Andreola (2007), Barbieri (2011), Ourique (2012), Costa et al (2012)
Tempo de recalque	Não identificado	Não identificado
Diferença de temperatura entre mistura e molde	> 50 °C	Peltsman (2012)
Taxa de resfriamento	Não identificado	Não identificado
Vazão da bomba de água	3,5 l/min	O autor
Material das cavidades	Alumínio (138 W/m.K)	Não identificado

Fonte: o autor (2012)

Nos trabalhos desenvolvidos nos últimos anos pelo PGMAT –UCS (Pós-graduação em Materiais) (Andreola, 2007; Barbieri, 2011; Ourique, 2012), observou-se a utilização da temperatura da suspensão de 90°C na fabricação dos corpos-de-prova. Nos mesmos trabalhos houve variação quanto aos parâmetros de pressão e tempo de injeção, variando de: 0,4MPa e 12s (Andreola, 2007), 0,5MPa e 12s (Barbieri, 2012) e 0,4MPa e 10s (Ourique, 2012). Nesse estudo, as temperaturas de processo da suspensão cerâmica ficaram iguais aos trabalhos citados acima, ou seja 90 °C, pois acima desta temperatura alguns componentes da mistura começarão a degradar e abaixo pode dificultar a injeção.

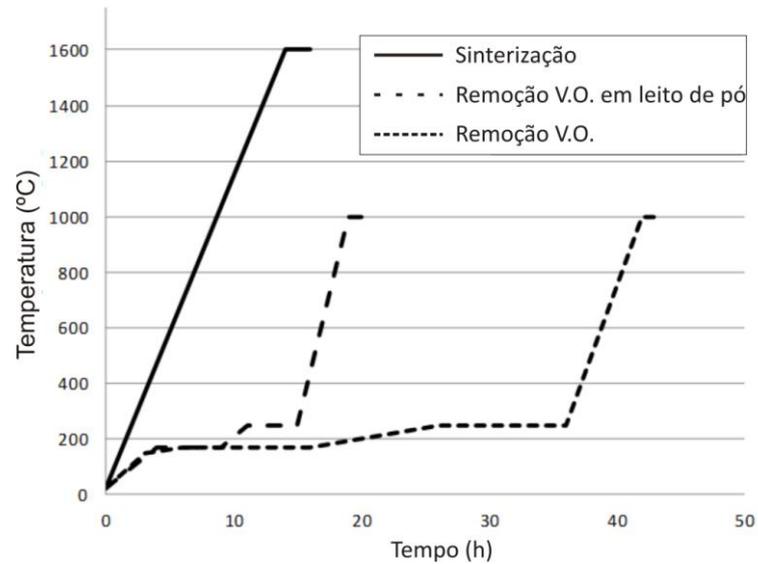
### **2.2.6 Remoção do Veículo Orgânico e Sinterização**

O próximo passo, após a injeção e extração, consiste em tratar termicamente os componentes obtidos para remover o veículo orgânico e, em seguida, realizar a sinterização, para obter a peça final com porosidade mínima. Os componentes que apresentam defeitos no estado à verde podem ser devolvidos à injetora, devido à capacidade dos materiais à base de parafina de se tornarem líquidos em baixas temperaturas e não degradarem, ou seja, essa tecnologia apresenta baixo desperdício, o que é especialmente benéfico para o processamento de materiais caros (RICHERSON, 2006).

A remoção do veículo orgânico pode ser realizada por um processo térmico. Normalmente é conduzida em um ambiente com atmosfera não controlada e em um recipiente contendo um leito de alumina (processo *wicking*) que evita a deformação geométrica dos componentes. Os ligantes fundidos e com baixa viscosidade migram do interior do corpo verde para as superfícies e são absorvidos pela alumina que envolve a peça cerâmica, impedindo que se forme uma descontinuidade líquido-vapor na superfície do corpo, a qual poderia provocar a formação de defeitos (ZORZI, 2002, BARBIERI, 2011).

Um dos maiores problemas encontrados na extração do veículo orgânico é o tempo relativamente longo, como pode ser verificado na Figura 2.6, que demonstra a rampa utilizada por Costa (et al., 2012), a qual apresenta um ciclo de aquecimento superior a 40 horas para o processo de *debinding* (remoção do veículo orgânico) convencional e em torno de 20 horas para o processo de *debinding by wicking* (remoção do veículo orgânico em leito de pó de alumina), além de apresentar a curva térmica para o processo de sinterização.

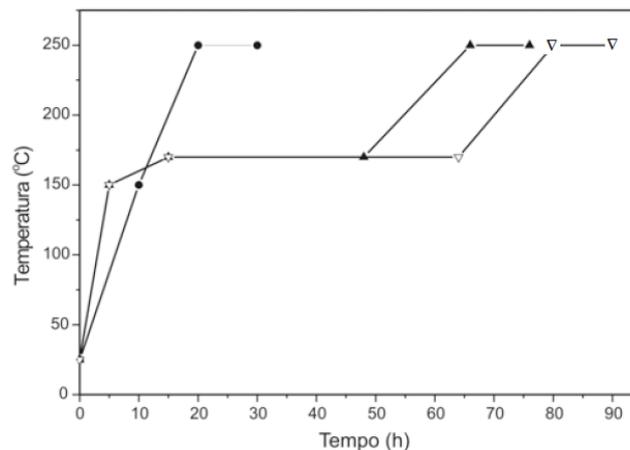
Figura 2.6 – Exemplo de curva de temperatura versus tempo para remoção do veículo orgânico e sinterização



Fonte: Costa et al. (2012)

A Figura 2.7 apresenta as curvas utilizadas por Zorzi (2004), que faz uma distinção da remoção do veículo orgânico (pelo processo *wicking*) de acordo com a geometria da peça injetada, sendo a peça fina, espessa ou muito espessa.

Figura 2.7 – Diagrama tempo versus temperatura para remoção do veículo orgânico de (•) peças cerâmicas finas, (▲) peças cerâmicas espessas e (▽) peças cerâmicas muito espessas



Fonte: Zorzi (2004)

O processo de sinterização, ou queima, é a etapa final do processamento de componentes cerâmicos e consiste na consolidação térmica do corpo a verde através da redução da porosidade e aumento do tamanho de grão. Esse processo também é descrito como um fenômeno termicamente ativado que leva a consolidação mecânica pela união das

partículas através de processos difusivos em altas temperaturas (ANDREOLA, 2007). Em outras palavras, a sinterização pode ser vista como a consolidação térmica de uma peça a verde (sem ligantes) através da redução de porosidade que leva a um aumento da resistência mecânica e da densidade (RICHERSON, 2006). No caso do trabalho desenvolvido por Barbieri (2011) os estudos variavam a temperatura de 1550°C a 1650°C, com uma taxa de aquecimento de 1°C/min e estabilização de duas horas. O mais comum na literatura existente é a utilização da temperatura média de 1600°C, com uma taxa de aquecimento de 1 °C/min e estabilização de duas horas, como pode ser visto no trabalho de Zorzi (2004) e nos do mesmo grupo (PGMAT) que sucederam a este.

### **2.2.7 Defeitos em Peças Cerâmicas Moldadas por Injeção**

Uma variedade de defeitos podem ocorrer durante o processo de moldagem por injeção e podem ser divididos em duas categorias: micro e macrodefeitos. Microdefeitos incluem inclusões e microporosidade devido a aglomerados e distribuição de tamanho de partículas inadequada. Estes são semelhantes aos microdefeitos que podem ocorrer com qualquer outro processo de formação de partículas. Os macrodefeitos, podem ser divididos em dois subgrupos: (1) defeitos e falhas de preenchimento do molde, (2) e de solidificação. Os defeitos de preenchimento incluem: preenchimento incompleto, porosidade e linhas de emenda de fluxo. Defeitos de solidificação incluem nucleação de vazios e microfissuras devido a tensões residuais (RICHERSON, 2006).

O preenchimento incompleto do molde é um defeito fácil de ser detectado visualmente na peça injetada. Essencialmente, falta uma porção da peça, e isso pode ocorrer por várias razões. Em primeiro lugar, a concepção do molde pode não favorecer e, muitas vezes, a solidificação pode ocorrer antes da cavidade estar completamente cheia. Às vezes, isso acontece devido a um “congelamento” do canal de alimentação do molde, que é a abertura através da qual o material entra no molde. Uma vez que o molde está a uma temperatura inferior, o material solidifica na entrada e bloqueia a injeção adicional. Isto pode ser evitado por um melhor controle da temperatura e da modificação do projeto do molde (RICHERSON, 2006).

As variações do projeto do canal de alimentação e do molde podem fazer uma grande diferença na uniformidade e integridade do preenchimento da cavidade (RICHERSON, 2006). Pequenos canais de injeção reduzem a velocidade de preenchimento, enquanto um canal de grande seção torna mais fácil o preenchimento da cavidade, mas reduz o volume de injeção

disponível para completar a peça. O projeto de canais circulares é o mais comum, uma vez que, reduz a perda de calor durante o preenchimento. Um problema encontrado no projeto de canais são as mudanças agudas de direção. Isso pode causar separação do ligante e o pó. Como o pó é mais denso e tem maior inércia, uma mudança aguda no caminho de fluxo pode induzir o fluxo de ligante numa direção diferente do pó (GERMAN, BOSE, 1997).

No final do canal está localizada a entrada de injeção (*gate*) que conduz à cavidade do molde. É uma pequena abertura projetada para ligar o canal de injeção com a cavidade. Diversos projetos de entrada de injeção são utilizados, variando o formato entre retangular ou circular. Entradas de injeção utilizadas para moldagem de polímeros são pequenas em comparação com as utilizadas no processo MIP (GERMAN, BOSE, 1997).

A porosidade pode ocorrer durante a injeção, devido à retenção de ar. O ar pode ser tanto da mistura de cerâmica e veículo orgânico, quanto ar preso dentro da cavidade do molde durante o preenchimento. No início da moldagem, a cavidade do molde está cheia de ar, quando a matéria-prima preenche a cavidade, o ar é forçado a escapar através de uma abertura na extremidade da cavidade oposta a entrada de injeção (*gate*). Os moldes normalmente possuem saídas de ar para permitir que o ar aprisionado escape (RICHERSON, 2006, GERMAN, BOSE, 1997).

O defeito de preenchimento no final do fluxo são as linhas de emenda, que são áreas onde o material injetado não funde devidamente. Elas representam uma descontinuidade e uma região frágil na peça. Algumas emendas podem ser grandes e visíveis ao se unirem na superfície exterior da peça. Outras são muito sutis e difíceis de detectar, mesmo com técnicas de inspeção não destrutivas, como radiografia e ultrassom. A tendência para a formação de linhas de emenda pode ser reduzida pela concepção apropriada, principalmente, do canal de alimentação do molde. Após a remoção de veículo orgânico e da sinterização, as linhas de emenda permanecem como grandes fendas, espaços vazios ou lâminas e limitam severamente a resistência da peça (RICHERSON, 2006, GERMAN, BOSE, 1997).

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, será descrito como o procedimento experimental foi definido, planejado e realizado, os equipamentos e materiais que foram utilizados na obtenção das amostras de estudo e quais os métodos e técnicas adotadas para a caracterização destas amostras.

#### 3.1 SUSPENSÃO CERÂMICA

A suspensão que foi utilizada neste trabalho foi desenvolvida por J. E. Zorzi (2001) e utilizada em diversos trabalhos subsequentes, como: Andreola (2007), Barbieri (2011) e Ourique (2012). Os principais componentes utilizados no veículo orgânico estão descritos na Tabela 3.1. A proporção dos componentes viabiliza um bom fluxo da suspensão e está dimensionado na menor proporção aceitável para evitar distorções e formação de bolhas na etapa de remoção do veículo orgânico.

Para este trabalho, alterou-se a cera de polietileno (utilizada em trabalhos anteriores) por parafina microcristalina na formulação do veículo orgânico em função da dificuldade de encontrar o componente a venda no mercado e se tratar de uma cera com baixo ponto de fusão como demonstrado na Tabela 3.1

Tabela 3.1 – Componentes do veículo orgânico

Material	Cód. / Fornecedor	% Peso	% Volume do V.O. na mistura	Ponto de Fusão °C
Parafina	120 / 125 Petrobras	75	33,75	49-52
Parafina microcristalina	170 Petrobras	10	4,50	82,4
Cera de carnaúba	Farmaquímica	10	4,50	80-87
Ácido oleico	Synth-BR	3	1,35	16
Ácido esteárico	Synth-BR	2	0,90	73

O pó cerâmico utilizado foi a alumina ( $Al_2O_3$ ) submicrométrica A-1000SG (Almatis), e de acordo com os dados fornecidos pelo fabricante esta alumina apresenta as seguintes características: área superficial do pó é  $8,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , tamanho médio de partícula de  $0,4\mu\text{m}$ , com composição de 99,8%  $Al_2O_3$ , 0,07% NaO, 0,03%  $SiO_2$ , 0,02%  $Fe_2O_3$ , 0,02% CaO, 0,04% MgO e densidade<sup>1</sup> de  $3,85 \text{ g}/\text{cm}^3$ . Na Tabela 3.2 são apresentadas as devidas proporções para a mistura.

<sup>1</sup> Sinterizada a  $1540 \text{ }^\circ\text{C}$

Tabela 3.2 – Componentes da suspensão cerâmica

<b>Material</b>	<b>% Peso</b>	<b>% Volume</b>
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
<b>Total</b>	<b>100</b>	<b>100</b>

Os componentes que formam o veículo orgânico foram pesados em uma balança com precisão de 0,01g (conforme Tabela 3.2) e colocados no tanque da injetora, que estava vazio e limpo, para que fossem fundidos na temperatura de 90°C. Em torno de 40 minutos depois, o pó de alumina (previamente seco em estufa por 4 horas na temperatura de 120 °C) foi adicionado ao tanque da injetora aos poucos, com a agitação do misturador planetário existente na máquina. Após a etapa de mistura dos componentes, a agitação foi mantida por, no mínimo, 20 horas para homogeneizar a mistura.

Todas as amostras foram injetadas num período inferior a 10 dias após a preparação da suspensão cerâmica. Antes da injeção e em intervalos de uma hora durante a produção das amostras era aplicado vácuo durante 30 minutos para eliminar o ar existente no tanque e eliminar bolhas de ar da suspensão cerâmica.

### 3.2 GEOMETRIA EXPERIMENTAL PARA INJEÇÃO

Para este estudo foram definidas duas geometrias experimentais com diferentes finalidades. A primeira geometria definida foi um disco dimensionado com Ø80,00 mm e espessura de 3,00 mm (dimensões do molde, sem considerar a contração da peça) com injeção central, como é mostrado na Figura 3.1. Tal geometria foi definida visando minimizar problemas relativos ao projeto do molde, como: escapes de ar e de linhas de emenda. O formato de disco com um ponto de injeção central permite um preenchimento mais homogêneo do material, obtendo uma peça final com ampla área de medição e com as distorções da geometria salientada na amostra. Esta geometria foi utilizada para as medições de planicidade, contração e circularidade.

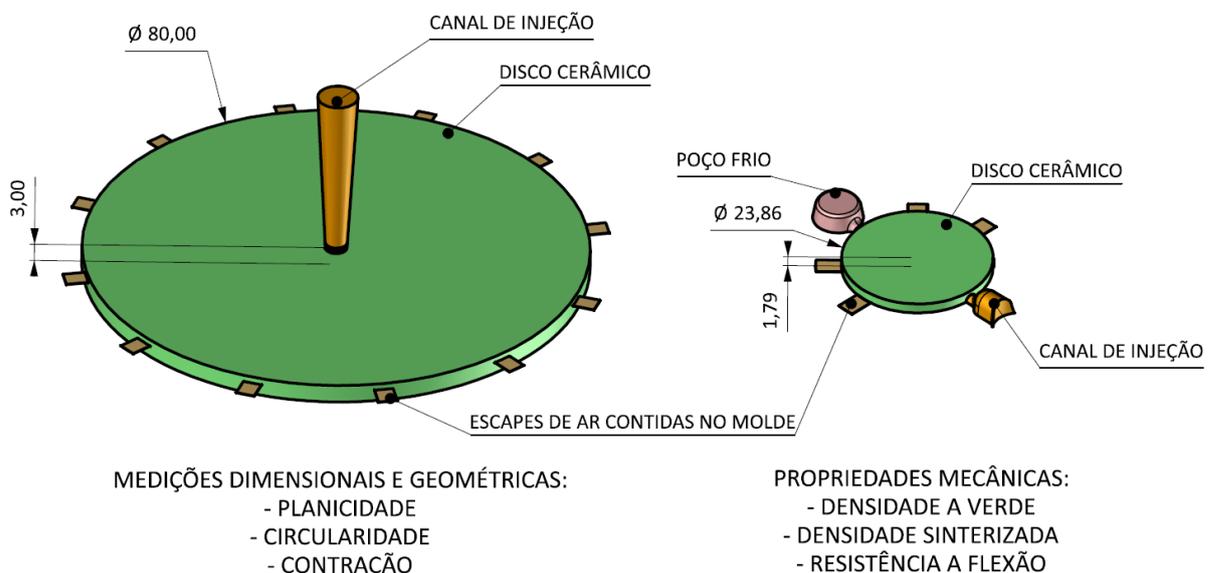
A segunda geometria definida foi um disco com Ø23,86 mm e espessura de 1,79 mm, como mostrado na Figura 3.1, e dimensões de Ø20,00 mm x 1,50 mm de espessura após a contração. A injeção desta geometria foi pela lateral da peça para permitir a confecção de uma

cavidade para injeção de quatro amostras simultâneas, devido a necessidade de maior quantidade de amostras. Esta geometria foi utilizada para realizar as medições de densidade (a verde e sinterizada) e resistência à flexão através do método de uma esfera sobre três esferas. Para as medições de densidade e resistência mecânica as normas exigem uma quantidade mínima de trinta amostras para garantir resultados confiáveis.

A escolha desta segunda geometria permitiu reduzir o tamanho da amostra facilitando o processo de medição das densidades e os testes de resistência à flexão.

Para evitar acúmulos de ar indesejados e minimizar defeitos resultantes disso, foram definidos mecanismos de escape de ar nas duas geometrias, distribuídos na parte externa das cavidades dos discos.

Figura 3.1 – Modelos para injeção com canal de alimentação e escapes de ar



Fonte: o autor

### 3.3 MOLDE EXPERIMENTAL PARA INJEÇÃO

Neste item é descrito o projeto do molde desenvolvido para o experimento, conjuntamente com os métodos para monitoramento das temperaturas de aquecimento e resfriamento do molde e de solidificação da peça.

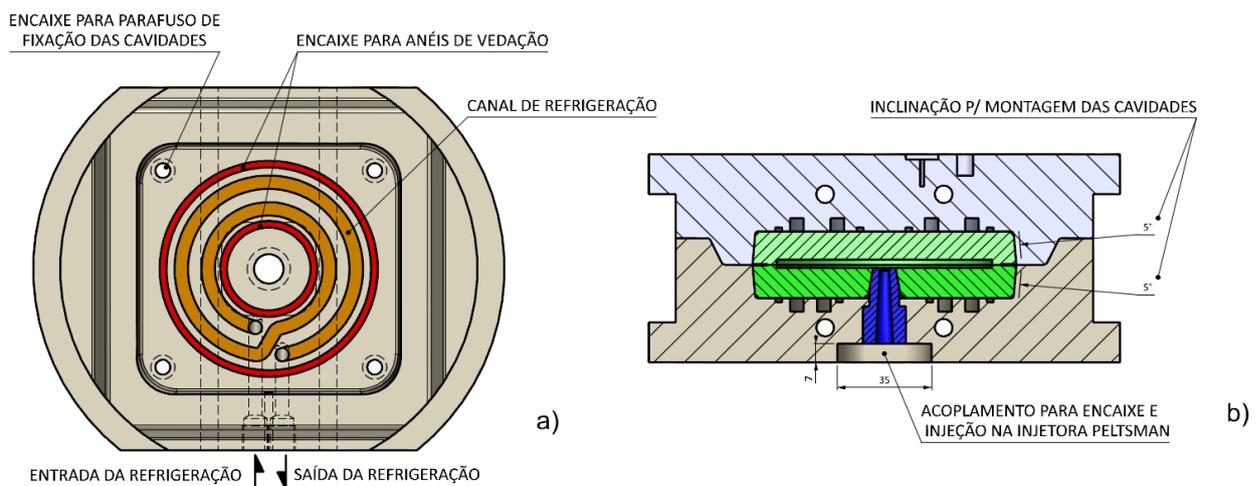
#### 3.3.1 Concepção e Projeto

O molde foi projetado e desenvolvido para atender especificações de resistência e peso que sejam adequados ao processo de injeção em baixa pressão. Como este processo de fabricação trabalha com pressões baixas, tanto a porta-cavidade, como as cavidades do molde

foram confeccionadas em alumínio 7075-T6, o qual apresenta adequada resistência ao processo, troca térmica (condutividade) superior aos aços em geral (em torno de 4,75 vezes superior) e também é um material leve que possibilita o manuseio do molde de forma fácil e com pouco desconforto para o operador.

O projeto do molde também permite a intercambialidade das cavidades do molde, ou seja, alternar as cavidades do disco maior pelas cavidades do disco menor de forma rápida e prática e sem a necessidade de ajustes. Para isso, foi utilizada uma inclinação nas laterais de encaixe das cavidades. A refrigeração foi usinada entre a montagem das placas porta-cavidades e das cavidades para permitir uma boa e uniforme transferência de calor entre elas. Anéis de vedação foram utilizados para impedir vazamentos de água para as áreas externas do molde. Conectores de refrigeração padronizados foram utilizados para conexão com a bomba e o reservatório de água. Todos os itens de projeto são mostrados nas Figura 3.2 e 3.3.

Figura 3.2 – Projeto do molde experimental, a) circuito de refrigeração e b) encaixe das cavidades

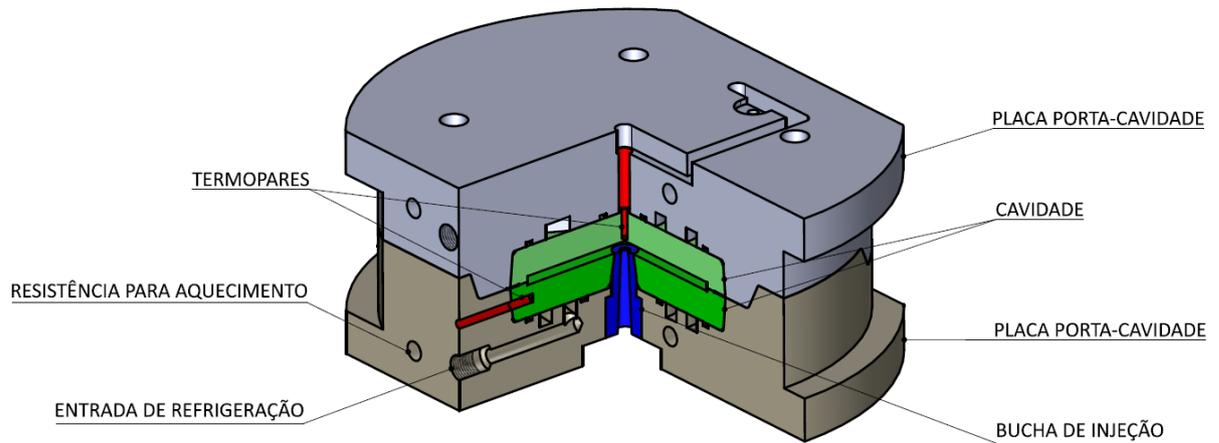


Fonte: o autor

As dimensões máximas do molde montado são de  $\text{Ø}175\text{mm} \times 78\text{mm}$  (altura). O orifício de injeção foi dimensionado para a máquina injetora de baixa pressão da marca Peltsman, modelo MIGL-33 semi-automática existente no LMCer2 da UCS.

A Figura 3.3 apresenta uma vista em corte do molde confeccionado para o experimento com as indicações dos componentes e dos itens de aquecimento, refrigeração e monitoramento das temperaturas.

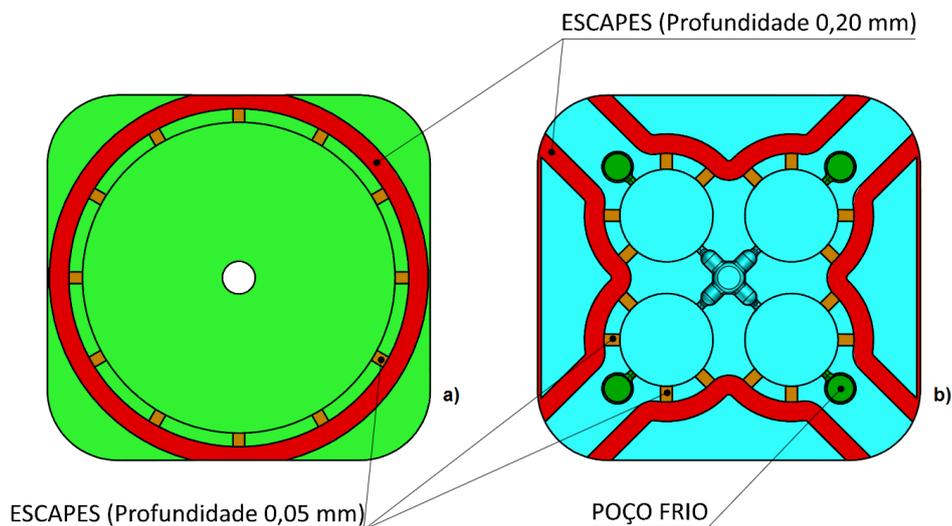
Figura 3.3 – Molde experimental em corte



Fonte: o autor

Para eliminar a presença de bolhas de ar, os dois conjuntos de cavidades (disco maior e menor) possuem saídas de ar dispostas de forma equidistante ao redor da cavidade (como são mostrados nas Figuras 3.4a e 3.4b). O escape de ar externo ao produto (sem contato com o mesmo) tem uma profundidade de 0,20 mm, já os pontos de ligação com as cavidades tem uma profundidade de 0,05 mm, para impedir que o material fundido escape de dentro da cavidade formando rebarbas na peça injetada.

Figura 3.4 – Disposição das saídas de ar nas cavidades do molde experimental, a) disco maior e b) disco menor



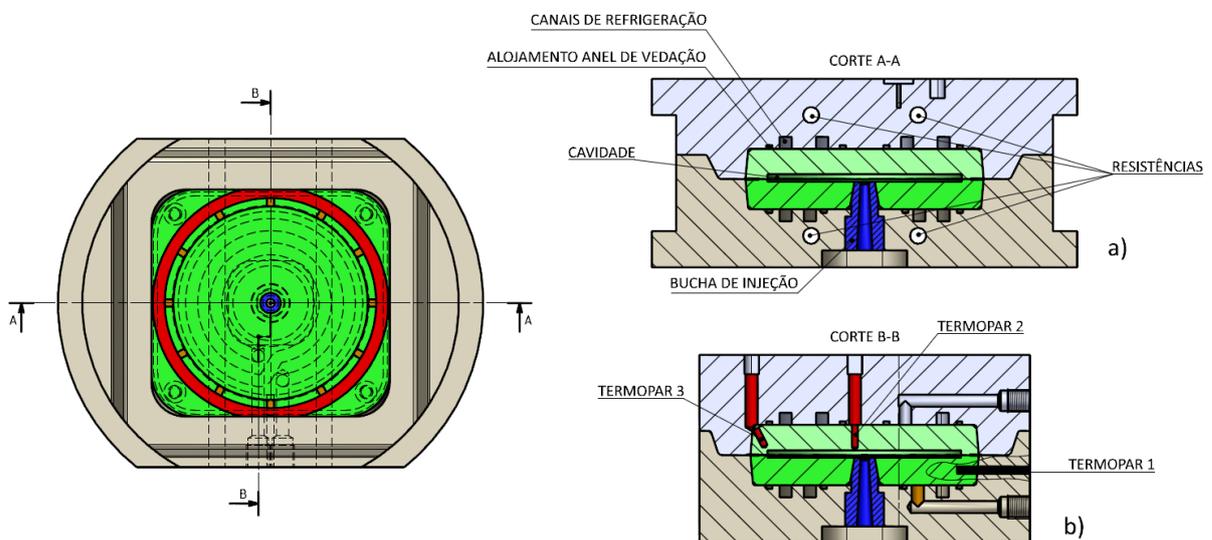
Fonte: o autor

As superfícies das cavidades do molde são revestidas com um filme fino de PTFE (Politetrafluoretileno - *teflon*<sup>®</sup>), para permitir uma extração mais fácil da peça injetada, evitando aderência da suspensão cerâmica com as cavidades usinadas do molde, além de evitar desgaste por abrasão na superfície das cavidades.

### 3.3.2 Monitoramento das Temperaturas do Molde

Para monitorar a temperatura do molde foram utilizados três sensores: termopar 1 no monitoramento da temperatura da cavidade, termopar 2 localizado próximo a região central da cavidade para monitorar a temperatura próxima a área de injeção e o termopar 3 localizado próximo a borda da cavidade para monitorar a temperatura próxima a borda do produto. Na Figura 3.5, são mostradas no projeto do molde as posições das resistências de aquecimento, os canais de refrigeração, as vedações que impedem o vazamento de água, as posições dos termopares para monitoramento da temperatura das cavidades.

Figura 3.5 – Cortes no projeto do molde, a) corte A-A e b) corte B-B



Fonte: o autor

Os termopares utilizados foram do tipo K e monitorados através de um sistema computadorizado para aquisição de dados da marca *VISHAY*, modelo *System 5000*. Os termopares serão monitorados através de um *software* fornecido com o próprio equipamento (*Win 5000*). A taxa de aquisição utilizada para o monitoramento das temperaturas é de 10 amostras por segundo. No processo de medição existem incertezas ocasionadas, tanto pela tolerância de medida do termopar (indicada pelo fabricante), como do dispositivo de aquisição de dados (resolução do equipamento). Dentro do experimento é coerente considerar as incertezas destes dois elementos, sendo que o termopar apresenta uma precisão de leitura de  $\pm 3,0^{\circ}\text{C}$  (Brusamarelo, 2006) e o equipamento de aquisição tem uma precisão de leitura em torno de  $\pm 0,7^{\circ}\text{C}$ . Devido a esta incerteza, o sistema de aquisição de dados foi utilizado apenas para monitoramento das temperaturas e para garantir que a produção das amostras fosse

sempre dentro dos mesmos parâmetros de aquecimento e refrigeração. As curvas e leituras utilizadas no trabalho são apresentadas no Capítulo 4.

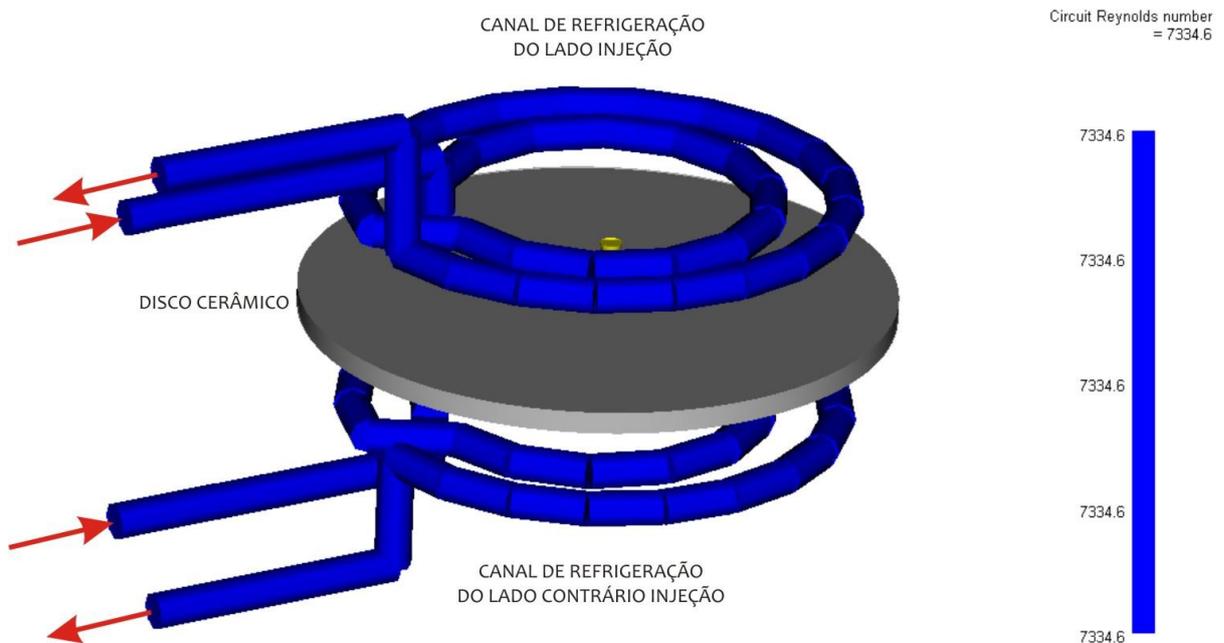
### 3.3.3 Método de Refrigeração do Molde

Segundo Menges et. al. (2001) e Rees (1995), circuitos de refrigeração com maior eficiência para moldes de injeção de termoplástico devem ser dimensionados para que o líquido refrigerante atinja um fluxo turbulento, o qual deve ter uma relação adimensional com número de *Reynolds* acima de 4000 ( $Re > 4000$ ) (Menges et. al, 2001, Rees, 1995).

Para o resfriamento do molde experimental foi utilizado uma bomba de água centrífuga da marca *Syllent*, modelo MB63E0011, 1/3CV, 120V, com pressão de 0,17 MPa e vazão de 3,5 l/min. Esta vazão da água fornece para cada metade do molde 1,75 l/min. Utilizando para cálculo água a 20°C como refrigerante e um tamanho médio de canal de refrigeração com 5 mm de diâmetro, o sistema alcançou valor superior a 7300 *Reynolds*, tendo assim um comportamento dentro do fluxo turbulento e acima do recomendado.

A Figura 3.6 mostra os canais de refrigeração usinados no molde em comparação com o produto. Além disso foi realizada uma simulação no *software Autodesk Moldflow*<sup>®</sup> para validação dos dados obtidos para o número de *Reynolds* através de cálculos.

Figura 3.6 – Sistema de entrada e saída dos circuitos de refrigeração



Fonte: o autor

### 3.4 CONDIÇÕES DE INJEÇÃO PARA O EXPERIMENTO

Testes experimentais, realizados nas fases iniciais desse trabalho de pesquisa, permitiram elaborar um experimento utilizando variáveis com influência nas propriedades das peças injetadas. Desta forma, as variáveis para o experimento realizado estão associadas à temperatura do molde no momento da injeção, à temperatura em que a peça é extraída do molde e o método de resfriamento utilizado para reduzir a temperatura do molde.

A Tabela 3.3 apresenta um resumo das condições de injeção utilizadas para produção das amostras.

Tabela 3.3 – Condições de injeção das amostras

Condições	Sigla	Temperatura do Molde	Sistema de resfriamento	Temperatura de extração	Pressão de injeção	Tempo de injeção
Condição 1	C1	45 °C	Taxa lenta acionada após injeção	35 °C	380 kPa	12 s
Condição 2	C2	45 °C	Taxa rápida acionada após injeção	35 °C	380 kPa	12 s
Condição 3	C3	35 °C	Temperatura fixa e contínua aplicada durante todo o processo	35 °C	380 kPa	12 s

Fonte: o autor

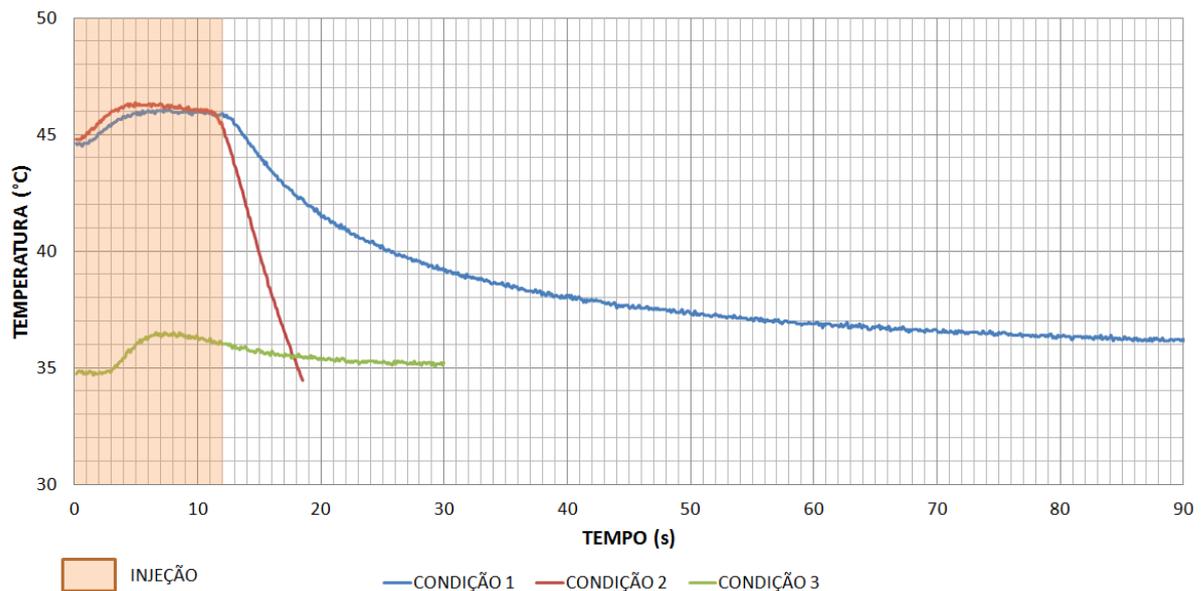
Para obtenção da temperatura inicial de injeção nas condições 1 e 2 o molde foi aquecido através de resistências elétricas do tipo “cartucho”. As resistências foram desligadas e desmontadas do molde quando à temperatura de 45°C foi atingida. Temperaturas superiores a esta foram testadas, uma vez que, nos trabalhos anteriores de Barbieri (2011) e Costa et al. (2012) foram utilizadas temperaturas de 55 e 58 °C, respectivamente. Neste trabalho temperaturas superiores a 45 °C apresentaram um defeito na borda da amostra do disco que impossibilitava a medição das mesmas.

Para o resfriamento na condição 1, foi utilizada água na temperatura de 35 °C e obteve-se uma taxa de resfriamento média de 5,36 °C/min. Na condição 2 foi utilizada água na temperatura de 3 °C e obtida uma taxa média de 90 °C/min. Para o resfriamento destas duas condições a bomba de água permanecia ligada até a temperatura atingir 35 °C. Nestes casos, a taxa de resfriamento média foi calculada, de forma simplificada, a partir do final do tempo de injeção até do momento em que a temperatura estabilizava em 35 °C.

Para a condição 3 foi utilizado um método diferente de aquecimento e resfriamento. Utilizando água a 35 °C, a refrigeração foi mantida durante a injeção, e após foi aguardado até que a temperatura do molde estabilizasse novamente 35 °C.

As três condições de injeção citadas na Tabela 3.3 são mostradas graficamente na Figura 3.7, onde também está identificado o tempo de injeção utilizado para o experimento e as curvas de resfriamento aplicadas na moldagem.

Figura 3.7 – Curvas de temperaturas utilizadas nas condições de processo



Fonte: o autor

### 3.4.1 Preparação das Amostras

Para o disco grande foram injetadas oito amostras em cada condição de injeção, sendo as características dimensionais e geométricas avaliadas em apenas três amostras. Para o disco menor foram injetadas quarenta amostras em cada condição de injeção, e foram analisados os resultados finais (densidade e resistência à flexão) de trinta amostras. A diferença na quantidade de amostras entre os discos maiores e menores se deve ao fato de que as propriedades mecânicas precisam de mais dados para garantir resultados confiáveis.

Foram injetadas amostras extras, uma vez que defeitos inerentes aos processos pós-injeção surgiram nos testes preliminares. Para a análise dos resultados obtidos, foram escolhidas amostras de forma aleatória dentre as que permaneceram inteiras até a etapa de sinterização.

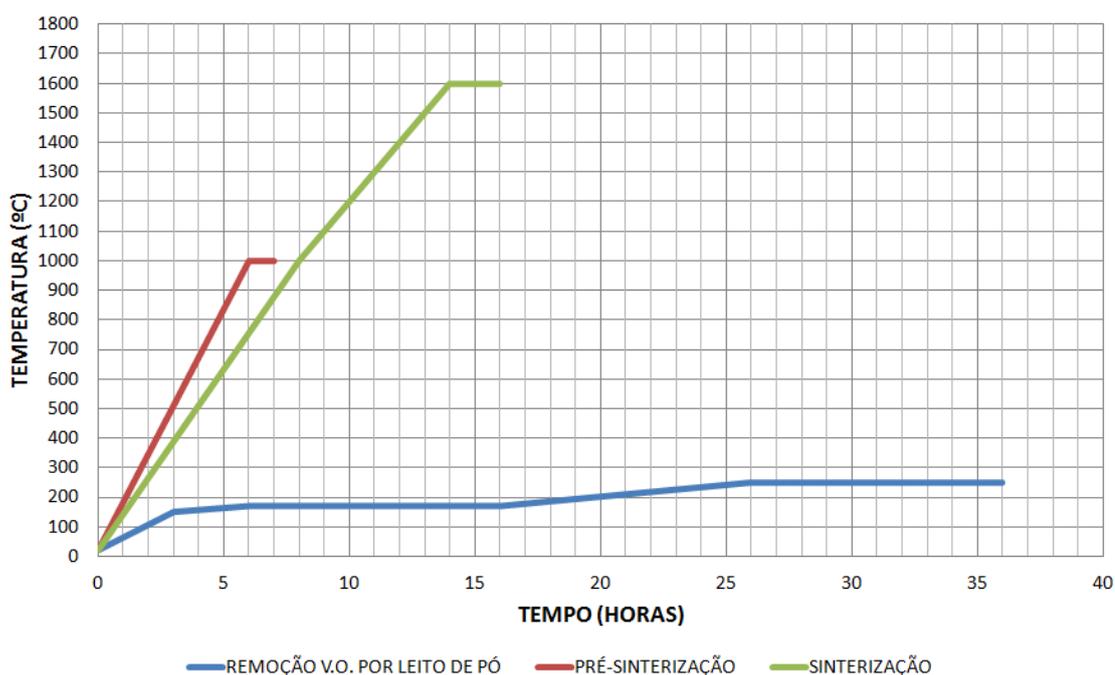
### 3.5 REMOÇÃO DO VEÍCULO ORGÂNICO E SINTERIZAÇÃO

O objetivo do trabalho não foi o de avaliar a eficiência dos processos pós-injeção, mas sim, verificar os reflexos do processo de injeção nas peças fabricadas pelo processo de injeção em baixa pressão. Por isso, a remoção do veículo orgânico foi realizada pelo processo de leito de pó (*debinding by wicking*), uma vez que esse método possui um menor tempo de execução em relação ao processo de *debinding* convencional. Após esta etapa, as amostras foram pré-sinterizadas na temperatura de 1000 °C. Estes dois processos foram realizados em um forno Sanchis B CER, cuja temperatura máxima é de 1200 °C.

Para a etapa de sinterização foi utilizado um forno da marca Lindberg/blue M Box (Temp. máx. 1700 °C) e foi aplicado um incremento de 1 °C/min até atingir a temperatura de 1600 °C e após foi mantido nesta temperatura por mais 2 horas.

As curvas de aquecimento dos processos de remoção do veículo orgânico (*debinding by wicking*), pré-sinterização e sinterização são mostradas na Figura 3.8.

Figura 3.8 – Curvas de temperatura dos processos pós-injeção



Fonte: o autor

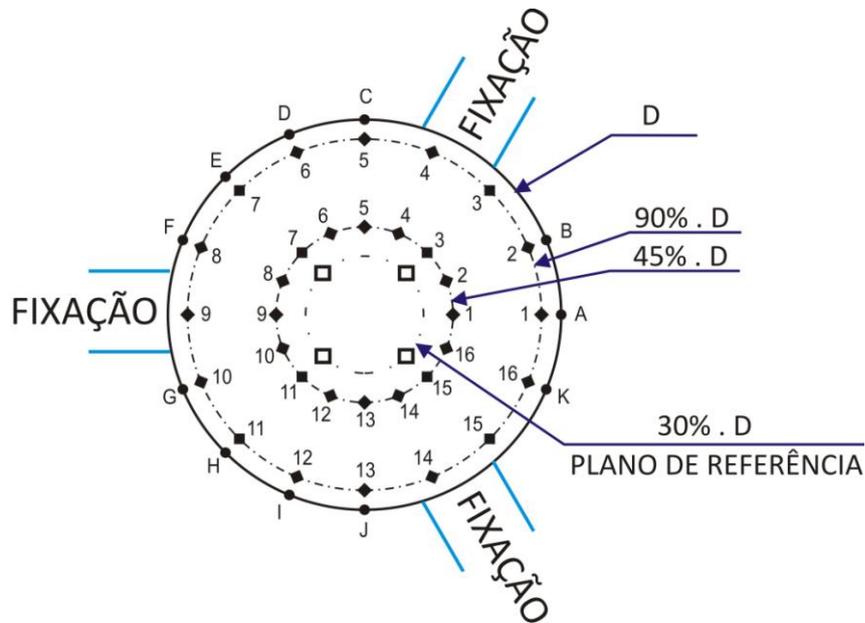
### 3.6 MEDIÇÕES E ANÁLISES

#### 3.6.1 Planicidade, Circularidade e Contração

Os resultados de planicidade, circularidade e contração foram obtidos por meio das medições em cada amostra realizada na máquina de medição tridimensional Zeiss, modelo

GaugeMax existente no LNTP (UCS). Os pontos de medição foram determinados conforme mostra a Figura 3.9 considerando uma distribuição uniforme dos mesmos, a fixação da amostra e evitando a área central devido aos defeitos gerados pela remoção do canal de injeção.

Figura 3.9 – Posição das medições no disco maior



Fonte: o autor

O plano de referência utilizado nas medições foi determinado por 04 pontos distribuídos de forma circunscrita em círculo de 30% do diâmetro externo do mesmo. Em todas as fases dos processos pós-injeção esta proporção foi corrigida conforme a contração das amostras.

A avaliação da planicidade foi feita através de medições realizadas em um diâmetro de 45% do diâmetro externo (próxima ao centro) e também em um diâmetro de 90% do diâmetro externo (próxima à borda). Para cada um dos diâmetros foram realizadas 16 medições.

A tolerância máxima de circularidade foi identificada através do menor e o maior valor de raio medido entre os pontos A e K.

A contração das amostras foi avaliada comparando o diâmetro formado pelos pontos A, D e I com a dimensão encontrada nas cavidades do molde de injeção.

### 3.6.2 Densidade a Verde e Sinterizada

A densidade a verde e sinterizada foram verificadas através do método de Arquimedes, segundo a norma ASTM C373 – 88 (2006), utilizando uma balança marca Bioprecisa, modelo FA2104N com precisão de 0,1 mg e câmara de pesagem.

Para este processo foi verificada a massa a seco das amostras ( $m_{seco}$ ) e após, a massa submersa em água deionizada ( $m_{submersa}$ ) através de um aparato específico. Todas as medições foram repetidas três vezes a fim de garantir precisão nos resultados.

Após as medições, a densidade foi calculada através da Equação 3.1:

$$d = \left( \frac{m_{seco}}{m_{seco} - m_{submersa}} \right) \cdot d_{\text{água}}, \text{ onde:} \quad (3.1)$$

$d$  = densidade da amostra ( $\text{g/cm}^3$ );

$m_{seco}$  = massa a seco da amostra (g);

$m_{submersa}$  = massa submersa em água da amostra (g);

$d_{\text{água}}$  = densidade da água na temperatura do ensaio ( $\text{g/cm}^3$ ) (LIDE, 2005);

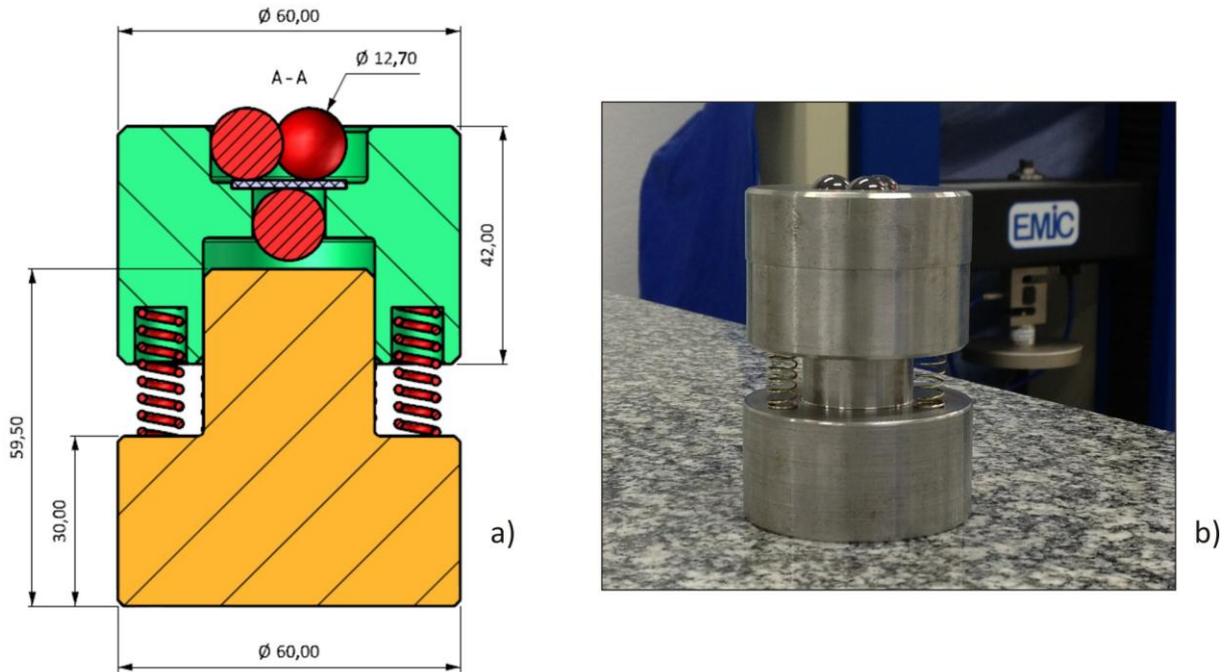
### 3.6.3 Resistência à Flexão

Os testes de resistência à flexão foram realizados nas amostras dos discos pequenos após a sinterização, utilizando o método de uma esfera sobre três esferas (*Ball on three ball*). Foi utilizada uma máquina universal de ensaios da marca *Emic*, modelo *DL-2000* do IMC – UCS (Instituto de Materiais Cerâmicos) com célula de carga de 500 kgf. Este ensaio foi baseado na norma ASTM F394-78 (1996) – Método de ensaio biaxial para teste de resistência à flexão em substratos cerâmicos (*Test Method for Biaxial Flexure Strength of Ceramic Substrates - Withdrawn 2001*).

Para fixação das amostras e posicionamento das esferas foi desenvolvido e utilizado um gabarito usinado conforme mostrado na Figura 3.10. Este gabarito não sofreu um processo de calibração, uma vez que o principal objetivo era comparar os resultados das condições de injeção entre si. Considerando as informações em Börger (et al. 2002 e 2004) o método é considerado confiável e indicado para o teste em discos cerâmicos.

O dispositivo para fixação das amostras foi confeccionado em aço ABNT 1045 sem tratamento térmico. Este foi dimensionado para atender os requisitos geométricos da amostra e das esferas utilizadas no ensaio. Foram utilizadas molas para suspender a parte superior do dispositivo, mas estas não influenciaram na leitura das cargas aplicadas.

Figura 3.10 – Dispositivo para fixar amostras. a) Vista Esquemática e b) Fotografia do dispositivo com as esferas montadas



Fonte: o autor

As esferas de precisão utilizadas no ensaio são de Nitreto de Silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) com  $\varnothing 12,70$  mm, polidas e com desvio na forma esférica de 0,0012 mm. Estas esferas foram adquiridas da empresa Multiesferas<sup>2</sup>. Foram utilizadas esferas de  $\text{Si}_3\text{N}_4$  porque o módulo de elasticidade é superior em relação a alumina. Com isso, procurou-se evitar rupturas, trincas e desgaste das esferas, já que as mesmas apresentam alto custo de aquisição.

A carga de ruptura encontrada no ensaio foi aplicada na Equação 2.1 e, a partir dos parâmetros relativos à proporção geométrica do ensaio e do coeficiente de *Poisson* da alumina, foi obtida a resistência máxima à flexão das amostras para as três condições de injeção.

<sup>2</sup> Multiesferas – [www.multiesferas.com.br](http://www.multiesferas.com.br) - São Paulo, SP - tel: (11) 5627-0090

## 4 ANÁLISE DOS RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 INTRODUÇÃO

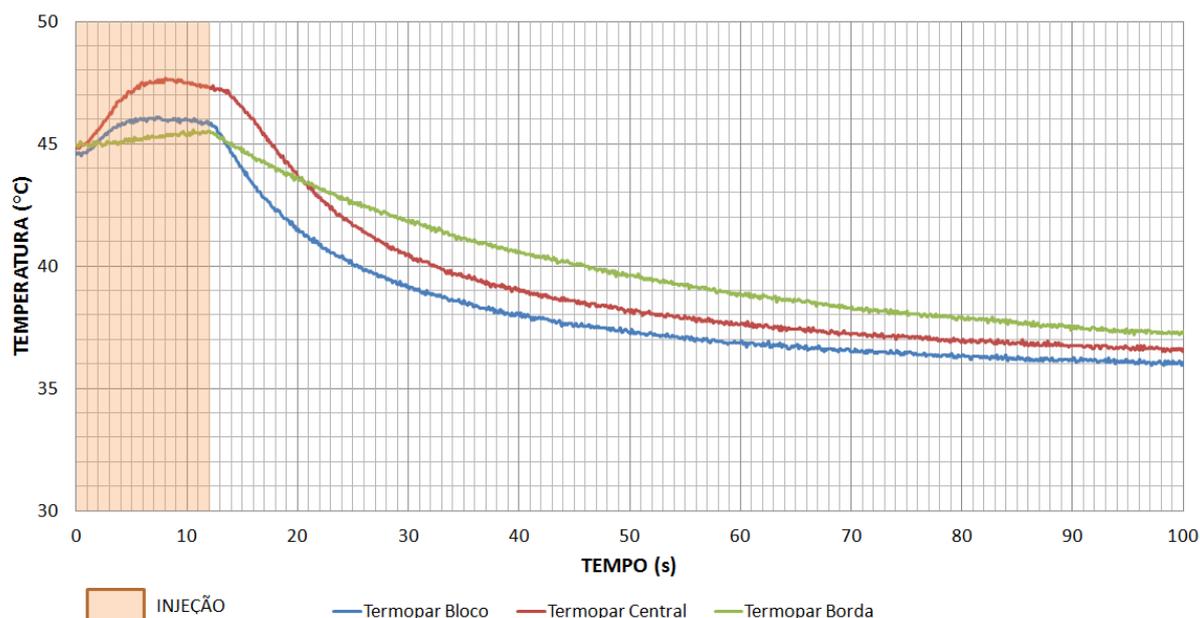
Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir do projeto experimental citado no Capítulo 3 e, em alguns casos, confrontando com dados existentes na literatura. Na seção 4.6 os resultados serão discutidos utilizando o método de análise de variância que foram calculados para garantir uma confiabilidade de 95% nas análises.

### 4.2 TEMPERATURA DO MOLDE

O monitoramento de temperatura no molde foi importante para a produção de amostras com melhor conformidade e repetibilidade, i.e., nas mesmas condições para cada experimento.

A Figura 4.1 mostra as temperaturas relativas à condição de injeção 1 (C1) medida nos três pontos determinados no molde. Neste gráfico, pode-se perceber que no momento da injeção o molde aquece devido ao contato da suspensão cerâmica com a superfície da cavidade do molde. No ponto mais próximo do centro, medido pelo termopar central, o acréscimo de temperatura ficou próximo de 2,5 °C. Após o acionamento da refrigeração a leitura de temperatura nas regiões tende a estabilizar. Em todos os testes nesta condição foram necessários, no mínimo, 120 segundos para que a temperatura de 35 °C estabilizasse.

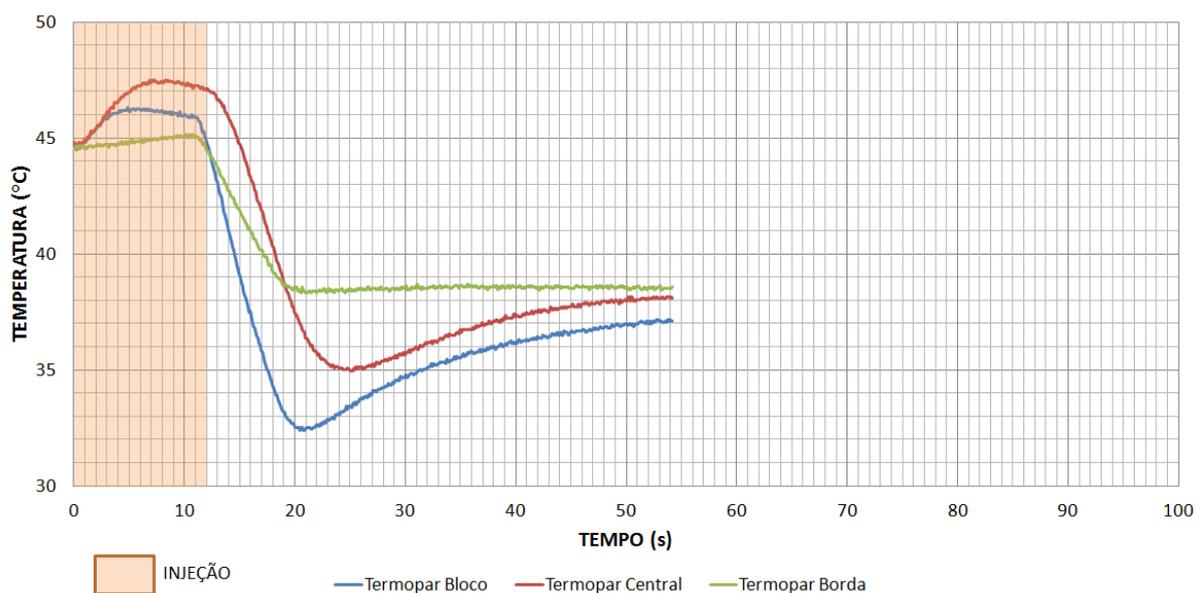
Figura 4.1 – Curvas de temperaturas da condição 1



Fonte: o autor

Na Figura 4.2 são mostradas as temperaturas relativas à condição de injeção 2 (C2) medida nos três pontos determinados no molde. Neste gráfico percebe-se um acréscimo de temperatura próximo de 2,5 °C. A principal diferença está na estabilização da temperatura de 35 °C para a extração das amostras de dentro do molde, pois como a água utilizada no resfriamento estava em uma temperatura de 3 °C, o bloco do molde resfriou com uma rapidez maior do que as regiões próximas ao produto. Após o desligamento da bomba de água a temperatura do molde começou a estabilizar gradativamente. Esta estabilização demorou em torno de 90 segundos e mostrou que a troca térmica nas peças de alumínio do molde (cavidade e porta-cavidade) ocorreu de maneira diferente nos três pontos medidos. Esta variação é provocada pela entrada da água que ocorre pelo centro da cavidade (próximo a injeção) e depois percorre um espiral em direção à região periférica (borda do produto). Por isso, a leitura de temperatura no termopar da borda apresenta menor variação que os demais termopares.

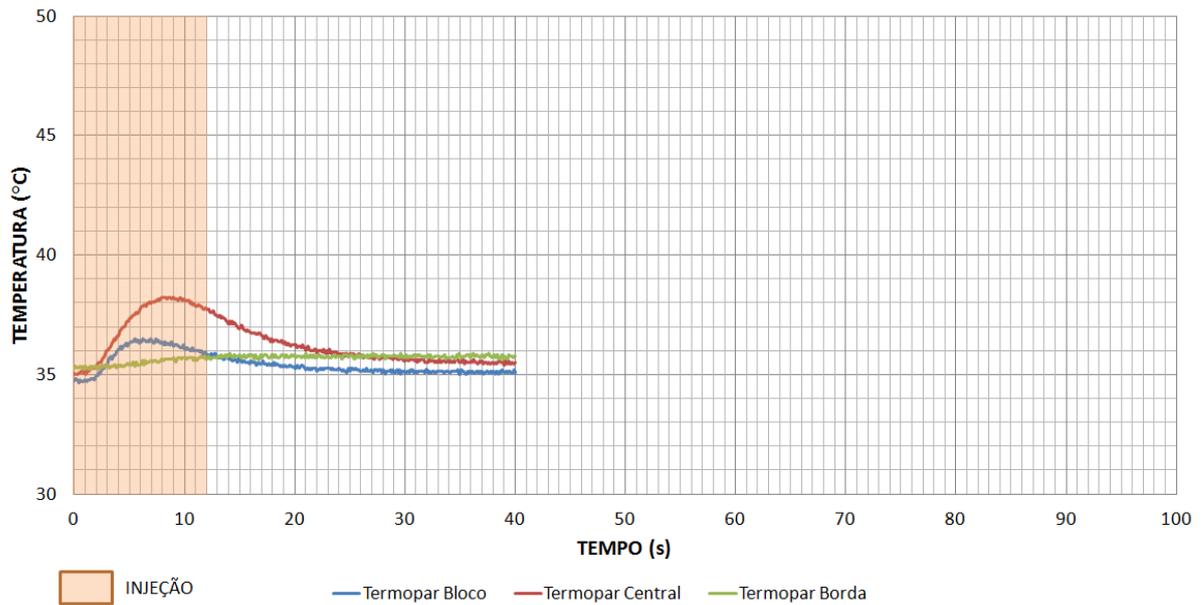
Figura 4.2 – Curvas de temperaturas da condição 2



Fonte: o autor

Na Figura 4.3 são mostradas as temperaturas relativas à condição de injeção 3 (C3) medida nos três pontos determinados no molde. No gráfico percebe-se um acréscimo de temperatura próximo a 3,5 °C. Nesta condição, a estabilização da temperatura em 35 °C foi alcançada após 30 segundos. A rápida estabilização deve-se ao fato da temperatura do molde ser mantida em 35 °C, utilizando água nesta mesma temperatura, durante todo o ciclo de injeção.

Figura 4.3 – Curvas de temperaturas da condição 3



Fonte: o autor

Nas três condições (C1, C2, C3) percebe-se um incremento de temperatura, durante o tempo de injeção, em todas as regiões medidas. Também é possível observar que o termopar central apresenta um pico de temperatura superior aos demais termopares. Isto ocorreu devido ao termopar central ter maior proximidade com a cavidade em uma região próxima ao ponto de injeção.

O ponto menos afetado do molde (para todas as condições) foi à região da borda do produto, pois é o ponto mais distante da injeção. No momento em que a suspensão cerâmica chegou ao fim da cavidade à temperatura da suspensão já estava menor. Esta informação mostra que a temperatura na frente de fluxo da suspensão cai à medida que o material avança dentro da cavidade, o que é normal para este tipo de processo de fabricação. Tal fenômeno foi acentuado pela refrigeração do molde que é do tipo espiral, alimentada do centro para fora.

Na condição 3, o pico de temperatura no termopar central é maior que nas condições C1 e C2, devido à maior diferença de temperatura entre o molde e a suspensão cerâmica. Este efeito é relativo à diferença de temperatura do molde (C3= 35 °C, C1=C2= 45 °C) e da suspensão cerâmica (90 °C). Nesta condição, o tempo de estabilização foi menor devido à utilização de refrigeração contínua com água a 35°C durante todo o ciclo de injeção.

Os tempos necessários para aquecimento e resfriamento do molde estão diretamente ligados ao tempo de ciclo do processo. Na C1 obteve-se um tempo médio de ciclo de 10 minutos para produção de cada amostra (disco maior). Para a C2 foram necessários 8 minutos e para a C3 foram necessários 5 minutos. Levando em consideração um tempo em torno de 2

minutos nas C1 e C2 para o aquecimento do molde, percebe-se que a diferença do método de resfriamento utilizado (Figuras 4.1, 4.2 e 4.3) foi importante para determinar o tempo de ciclo.

#### 4.3 MASSAS DAS AMOSTRAS

Na suspensão cerâmica a mistura possui 14% (em massa) de veículo orgânico. Este percentual deve ser removido da estrutura da amostra antes do processo de sinterização para que não gere poros que possam gerar deformações ou trincas indesejadas no produto. Com este intuito, foram monitoradas as massas removidas em cada uma das fases, remoção de V.O. por leito de pó (pós RVO) e pré-sinterização (pós PST), em relação à massa da peça a verde. Esta verificação foi realizada para os dois tipos de discos e teve como função identificar defeitos gerados nas amostras pelos processos de remoção do veículo orgânico. Este procedimento foi adotado para eliminar as peças defeituosas e garantir a homogeneidade das amostras de estudo.

A Tabela 4.1 mostra as reduções médias de massa decorrentes dos processos pós-injeção para os discos grandes.

Tabela 4.1 – Redução de massa nos processos pós-injeção para os discos grandes

PROCESSO PÓS- INJEÇÃO	CONDIÇÃO 1			CONDIÇÃO 2			CONDIÇÃO 3		
	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA
VERDE	40,59 (8)*	8	-	40,53 (20)	8	-	40,82 (3)	8	-
pós RVO	37,06 (96)	7	-8,71%	37,23 (110)	5	-8,14%	36,88 (99)	7	-9,64%
pós PST	34,89 (6)	7	-14,04%	34,76 (3)	5	-14,23%	35,07 (3)	7	-14,09%

\* Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão na forma do último algarismo significativo

Fonte: o autor

Nas reduções de massas verificadas após a primeira etapa de remoção do veículo orgânico, i.e. pós RVO, obteve-se uma redução média de 8,71%, 8,14% e 9,64% para as condições C1, C2 e C3, respectivamente. Nesta mesma etapa é possível verificar a alta variação das massas médias (identificadas pelo desvio padrão) quando comparado aos demais processos (verde e pós PST). Esta ocorrência é atribuída ao gradiente de temperatura devido a disposição das peças dentro do forno.

Na etapa pós PST, as amostras que permaneceram com maior quantidade de veículo orgânico, i.e., que tiveram menor redução de massa na etapa anterior, apresentaram lascamento na superfície da amostra. A Figura 4.4 mostra o defeito de lascamento gerado nas peças em que houve baixa remoção de veículo orgânico na etapa pós RVO. Após a eliminação das amostras defeituosas foram selecionadas apenas três amostras de cada condição de injeção para serem sinterizadas.

Figura 4.4 – Defeito visualizado após a pré-sinterização a 1000 °C em amostras do disco grande onde houve baixa remoção de V.O. na etapa anterior



Fonte: o autor

A Tabela 4.2 mostra os valores de redução de massa para os discos pequenos. Nestas amostras a redução de veículo orgânico ficou próximo dos 14% adicionados inicialmente na suspensão cerâmica, ainda no primeiro processo de remoção do veículo orgânico (pós RVO). Percebe-se um desvio padrão baixo entre as amostras, o que significa uma remoção de V.O. homogênea.

Tabela 4.2 – Redução de massa nos processos pós-injeção para os discos pequenos

PROCESSO PÓS- INJEÇÃO	CONDIÇÃO 1			CONDIÇÃO 2			CONDIÇÃO 3		
	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA	MÉDIA (g)	QTD. AM.	REDUÇÃO MÉDIA
VERDE	2,07 (1)*	40	-	2,06 (1)	40	-	2,09 (1)	40	-
pós RVO	1,82 (1)	40	-11,72%	1,81 (1)	40	-12,05%	1,84 (1)	40	-12,10%
pós PST	1,78 (1)	40	-13,61%	1,77 (2)	40	-13,92%	1,80 (1)	40	-13,84%

\* Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão na forma do último algarismo significativo

Fonte: o autor

Como a geometria do disco grande apresentava espessura maior em relação aos discos pequenos (de 3 mm para 1,79 mm) a remoção do veículo orgânico ficou facilitada no caso da menor espessura.

Em 37,5% dos discos grandes houve menor eliminação de V.O. na medição de massa pós RVO. Esta variação ocorreu apenas na etapa de remoção do veículo orgânico por leito de pó e gerou defeitos (lascamentos e trincas) nas amostras após a etapa de pré-sinterização (equivalente a 20,83% do total). Nos discos pequenos a remoção de V.O. superou os 11% no primeiro estágio de remoção e nenhuma das amostras foi descartada até a última etapa. Nestas amostras não foi identificado qualquer tipo de defeito nas amostras até a finalização do

processo de pré-sinterização e, sendo assim, foram selecionadas 30 amostras para serem sinterizadas.

#### 4.4 ANÁLISE DIMENSIONAL E GEOMÉTRICA

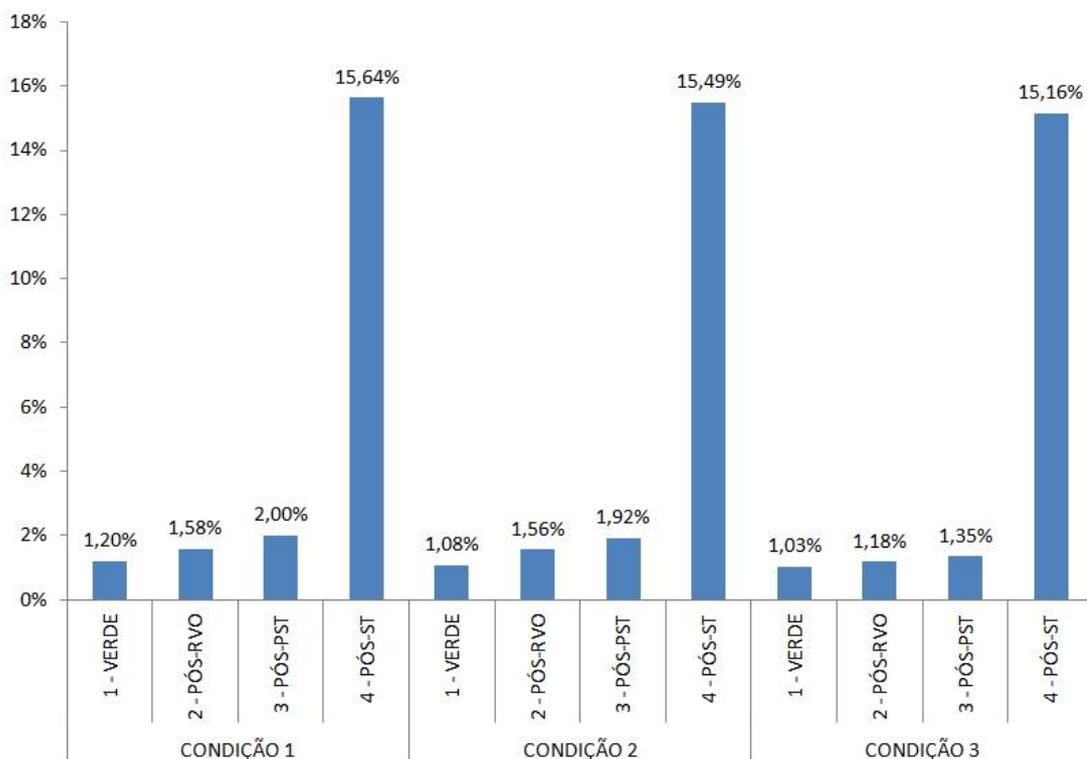
As análises dimensionais e geométricas foram realizadas nas amostras de discos grandes. As amostras apresentaram área suficiente para medição, o que minimizou os erros relativos à manipulação e fixação das amostras na máquina de medição tridimensional.

##### 4.4.1 Contração das Amostras

O cálculo da contração das amostras foi realizado comparando a dimensão do diâmetro da cavidade, i. e.,  $\varnothing 79,99 \pm 0,01$  mm, com os resultados obtidos através das medições das amostras em cada fase de pós-processo, ou seja, os resultados apresentados são de contração dimensional absoluta.

A Figura 4.5 apresenta um resumo das contrações das amostras em cada fase do processo e para cada condição de injeção.

Figura 4.5 – Contração dimensional do disco grande em cada fase do processo



Fonte: o autor

As amostras da condição 1 sofreram um aumento progressivo da contração em torno de 0,4% entre as etapas pós-injeção e apresentaram uma contração média sinterizada (pós-ST) de 15,64% com desvio em relação a média de 0,19 %.

Para a condição 2, o aumento progressivo da contração também ficou em torno de 0,4% entre as etapas pós-injeção, apresentando uma contração média após a sinterização (pós-ST) de 15,49% com desvio em relação a média de 0,19 %.

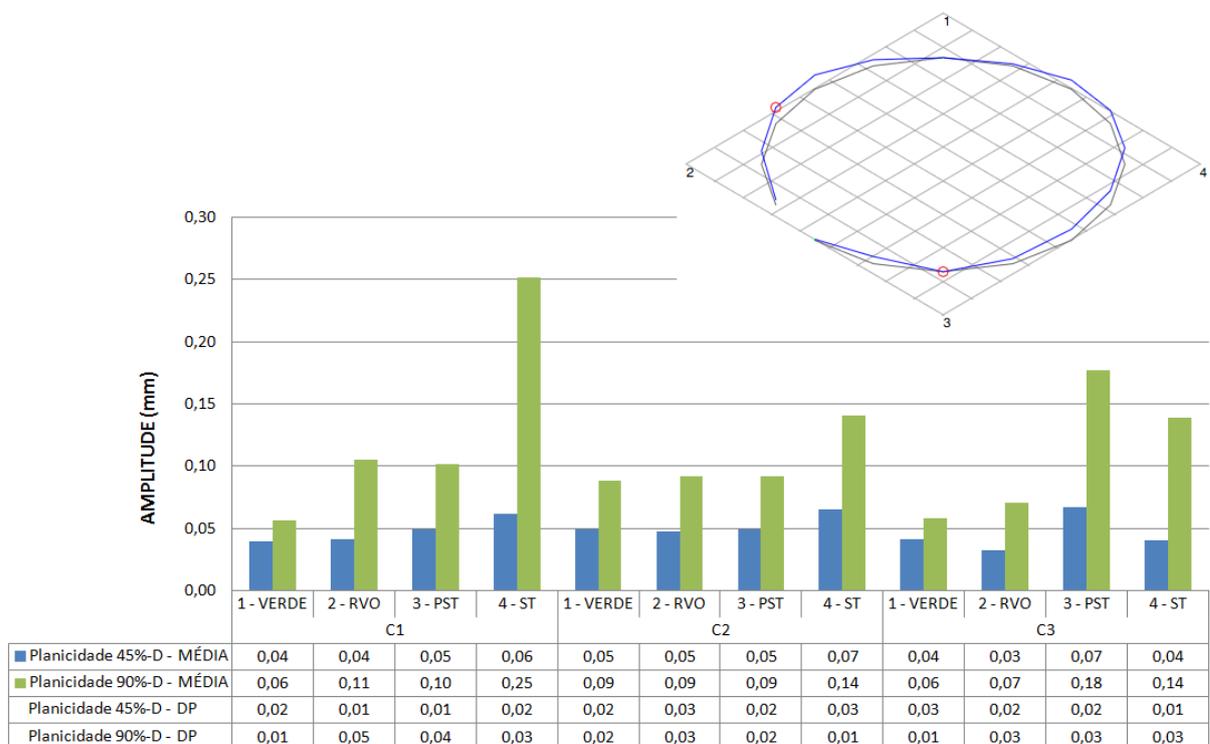
Nas amostras da condição 3, o aumento progressivo foi menor se comparando com as C1 e C2. A contração teve um aumento progressivo em torno de 0,18% entre as etapas pós-injeção e apresentou uma contração média nas amostras sinterizadas (pós-ST) de 15,16% com desvio em relação à média de 0,14 %.

#### 4.4.2 Planicidade

Os resultados de planicidade apresentam dados relacionados à projeção do grupo de pontos medidos para cada análise em relação ao plano de referência especificado por quatro pontos próximos ao centro da amostra. A medição da cavidade do molde apresentou uma tolerância de planicidade de 0,02 mm em relação a 90% do diâmetro da cavidade e de 0,01 mm em relação a 45% do diâmetro.

A Figura 4.6 apresenta os resultados de planicidade das amostras em cada fase do processo e para cada condição de injeção.

Figura 4.6 – Planicidade das amostras do disco grande em cada fase do processo



Fonte: o autor

A condição 1 apresentou uma variação de planicidade máxima de  $0,25 \pm 0,03$  mm, enquanto que a condição 2 apresentou uma variação de  $0,14 \pm 0,01$  mm e a condição 3 de 0,18

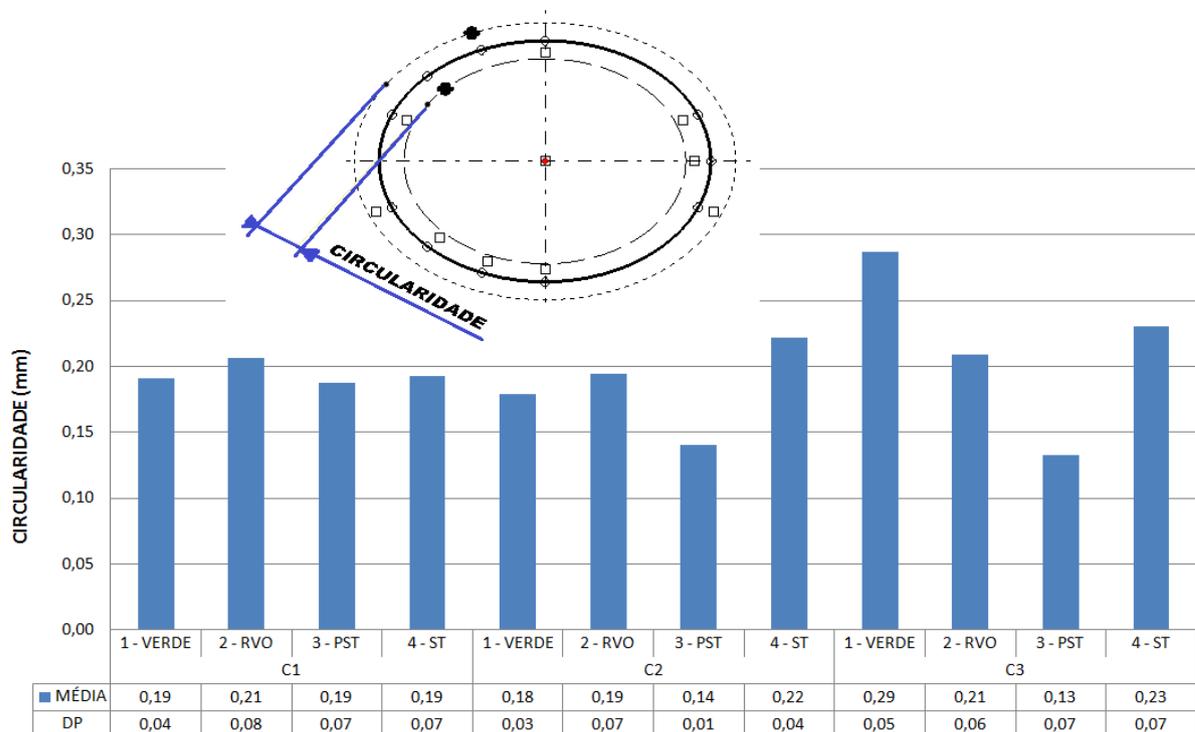
$\pm 0,03$  mm. Em todas as condições, a região medida mais próxima do centro (45%.D) deformou menos que a região mais externa (90%.D).

#### 4.4.3 Circularidade

Os resultados de circularidade apresentam dados relacionados à deformação radial das amostras em relação a um diâmetro médio medido através de três pontos. A medição da cavidade do molde apresentou uma tolerância de circularidade de 0,014 mm.

A Figura 4.7 mostra os resultados de circularidade das amostras em cada fase do processo e para cada condição de injeção.

Figura 4.7 – Circularidade das amostras do disco grande em cada fase do processo



Fonte: o autor

Para as amostras medidas da condição 1 a tolerância de circularidade média das peças sinterizadas foi de  $0,19 \pm 0,07$  mm. Para a condição 2 a tolerância de circularidade média das peças sinterizadas foi de  $0,22 \pm 0,04$  mm. Para a condição 3 a tolerância de circularidade média das peças sinterizadas foi de  $0,23 \pm 0,07$  mm.

#### 4.4.4 Análise Comparativa dos Resultados Dimensionais e Geométricos

Em relação à contração, observa-se a evolução da contração média entre os processos pós-injeção, houve um aumento gradativo de fase para fase. Este aumento foi observado em todas as condições de injeção. A contração final da C1 e C2 foram superiores e próximas,

enquanto a contração na C3 foi inferior às demais. Isto se deve, principalmente, ao método utilizado no resfriamento, pois nas condições 1 e 2 o resfriamento foi acionado após o término do tempo de injeção e a compactação da suspensão cerâmica dentro da cavidade do molde é inferior a condição 3.

Como na condição C3, a refrigeração permanece acionada durante todo o tempo de injeção, as amostras apresentaram um aumento de massa de 0,56% em relação às outras condições. Este fator revela uma maior compactação a verde e, como consequência, menor contração.

Na análise da planicidade houve uma tendência das peças deformarem de forma convexa em relação ao ponto de injeção das amostras. A maior deformação para todas as condições de injeção foi verificada na região mais externa da amostra (90%.D).

A C1 apresentou o maior desvio de planicidade, devido à baixa taxa de resfriamento induzir uma solidificação lenta e as partículas acomodarem-se de forma livre. A C2 apresentou o menor desvio de planicidade em função da rápida solidificação da peça dentro do molde gerada pela alta taxa de resfriamento. Além disso, a C2 apresentou a menor variação entre as etapas pós-injeção.

Dentre as condições analisadas, a C3 apresentou a uma condição de planicidade irregular. No gráfico apresentado na Figura 4.6 é possível perceber que houve uma deformação acentuada na etapa de pré-sinterização e depois uma redução da deformação na etapa de sinterização.

Na circularidade os resultados apresentaram variações muito grandes, que podem ser verificados pelos desvios padrões mostrados na Figura 4.7, e não permitem uma conclusão objetiva dos resultados.

Considerando os resultados médios, a C1 apresentou menor variação de circularidade entre as etapas, a C2 uma condição intermediária e a C3 a pior condição comparada a C1 e a C2.

#### 4.5 ANÁLISE DA DENSIDADE E RESISTÊNCIA MECÂNICA

As análises das propriedades mecânicas (densidade e resistência à flexão) para as três condições de injeção foram caracterizadas através de medições das amostras de discos pequenos.

Os resumos de todas as medições, com as amostras identificadas, para as três condições de injeção podem ser verificados no Apêndice C. As fotografias do ensaio de resistência à flexão biaxial de uma esfera sobre três esferas estão disponíveis no Apêndice D.

#### 4.5.1 Densidade a Verde e Sinterizada

A Tabela 4.3 apresenta os resultados de densidade das amostras a verde e sinterizadas, para as três condições de injeção e alguns dados de trabalhos anteriores. Esta tabela apresenta as incertezas encontradas nas medições, a contração volumétrica entre as etapas a verde e sinterizadas e o percentual de densidade sinterizada comparando com o valor teórico de 3,984 g/cm<sup>3</sup> (conforme apresentado na Tabela 2.2 – Munro, 1997).

Tabela 4.3 – Densidade a verde e sinterizada dos discos pequenos

Condição de injeção / trabalhos anteriores	$\rho_v^3$ (g/cm <sup>3</sup> )	$\rho_s^4$ (g/cm <sup>3</sup> )	% DT <sup>5</sup>
C1	2,60 (1) *	3,86 (3)	96,89 %
C2	2,62 (2)	3,83 (7)	96,13 %
C3	2,58 (2)	3,83 (4)	96,13 %
Andreola (2007)	2,66 (1)	3,87 (1)	97,13 %
Barbieri (2011)	2,636 (3)	3,849 (6)	96,61 %
Ourique (2012)	2,668 (1)	3,863 (2)	96,96 %

\* Valores entre parênteses correspondem ao desvio padrão na forma do último algarismo significativo

Fonte: o Autor

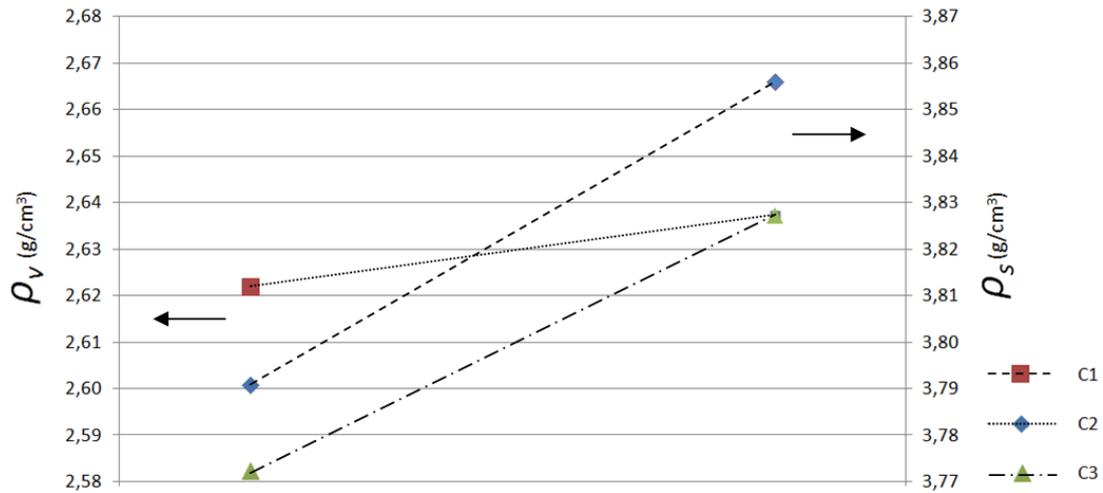
A Figura 4.8 apresenta graficamente a variação de densidade entre as etapas (verde e sinterizada) para as três condições de injeção. Os ângulos de inclinação das curvas deste gráfico mostram as diferenças do percentual de contração volumétrica entre as condições C1, C2 e C3.

<sup>3</sup>  $\rho_v$  : Densidade a verde;

<sup>4</sup>  $\rho_s$  : Densidade sinterizada;

<sup>5</sup> %DT: Densidade teórica percentual.

Figura 4.8 – Densidade a verde e sinterizada dos discos pequenos



Fonte: o Autor

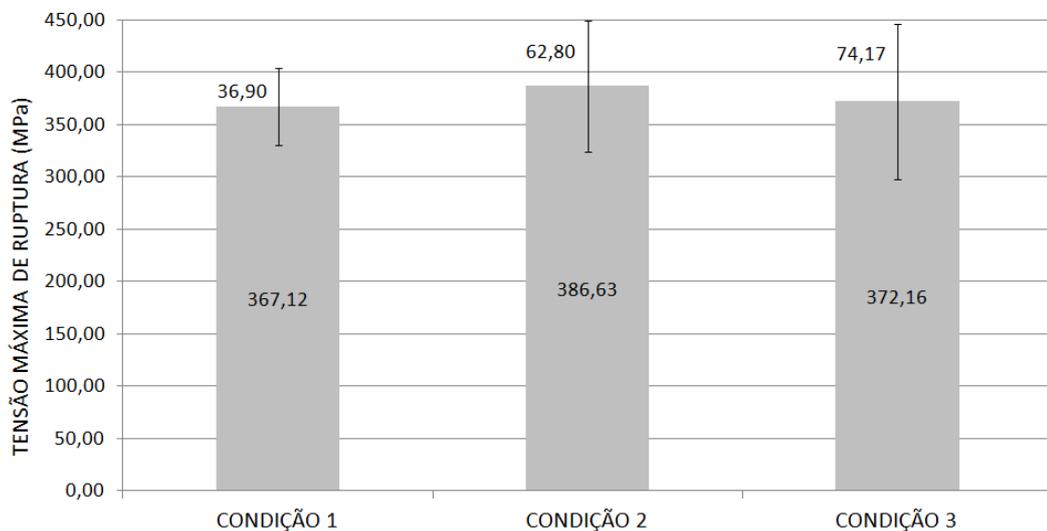
#### 4.5.2 Resistência à Flexão pelo Método de uma Esfera sobre Três Esferas (*ball on three ball*)

Após a realização dos ensaios de resistência à flexão os dados foram processados conforme especificado no item 3.6.3 e os resultados encontrados foram os seguintes:

- Condição 1: Resistência de 367,12 MPa com um desvio padrão de 36,89 MPa.
- Condição 2: Resistência de 386,63 MPa com um desvio padrão de 62,80 MPa.
- Condição 3: Resistência de 372,16 MPa com um desvio padrão de 74,17 MPa.

O gráfico da Figura 4.9 apresenta os módulos de resistência máxima à flexão com seus respectivos desvios padrões.

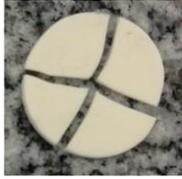
Figura 4.9 – Resistência à flexão dos disco pequenos



Fonte: o Autor

As amostras sofreram rupturas em duas, três e quatro partes. Todas as amostras foram fotografadas e são mostradas no apêndice D. Um resumo dos tipos de ruptura e as respectivas quantidades para cada condição de injeção são apresentados na Tabela 4.4.

Tabela 4.4 – Tipo de ruptura x condição de injeção

Condição de injeção	Rupturas		
			
<b>C1</b>	12 amostras	18 amostras	0 amostras
<b>C2</b>	9 amostras	19 amostras	2 amostras
<b>C3</b>	13 amostras	14 amostras	3 amostras

Fonte: o Autor

#### 4.5.3 Análise Comparativa entre as Densidades e a Resistência

Para as três condições analisadas no trabalho, a densidade a verde mostrou grande uniformidade gerando amostras com pouca variação. Nos resultados de densidade sinterizada houve uma diferença maior e a variação, comparando cada condição entre si, ficou entre 2 e 3,5 vezes superior com relação as amostras a verde.

As densidades sinterizadas ficaram acima de 96% (nas três condições) e, se comparadas às aplicações descritas na Tabela 2.1, sugerem aplicações na produção de filtros médios, componentes elétricos e de engenharia.

Na comparação entre as condições, observa-se que a C1 apresentou uma densidade a verde intermediária, mas obteve a maior densidade sinterizada. A C2 teve a maior densidade a verde, porém obteve uma densidade sinterizada inferior às demais. A C3 teve a menor densidade a verde, com uma densidade sinterizada igual à condição C2.

Neste caso, houve variação da distribuição do tamanho dos poros das condições C1 e C3 quando comparadas com a C2. A condição C2 também apresentou a maior variação (desvio padrão) nas medições de densidade das amostras sinterizadas.

Comparando os resultados deste trabalho com os resultados de trabalhos anteriores (mostrados na tabela 4.3) os valores de densidade a verde, densidade sinterizada foram inferiores, mas próximos. Estes resultados são um reflexo da utilização de menor pressão de injeção para produção das amostras, pois como apresentado em Peltsman (2012), os resultados de densidade a verde e sinterizada aumentam à medida que a pressão de injeção

também aumenta. Neste estudo a pressão de injeção ficou limitada em 380 kPa, pois com pressões maiores o dispositivo de fechamento da injetora não suportava a pressão, o molde abria e a suspensão cerâmica vazava de dentro do molde.

Esta diferença na distribuição do tamanho dos poros também foi responsável pela variação nos resultados de resistência a flexão que mostraram a condição 1 com menor resistência, porém com menor variação nos resultados.

Outra questão importante com relação à resistência à flexão foi à forma das rupturas das amostras. Como já era esperado, foram verificadas três tipos de rupturas (2, 3 e 4 partes). Esta diferença ocorre por tensões geradas no processo de sinterização e que, como consequência, provocaram alterações nos resultados de resistência através da inclusão de tensões superficiais nas amostras. Isto gerou picos de resistência em amostras das condições C2 e C3 elevando a resistência média nestas condições.

Em comparação com as demais condições, a C1 apresentou menor resistência e variação de 10,0% nos resultados. Para a C1 não foi verificado nenhuma amostra rompida em 4 partes. Por isso, percebe-se que as amostras ficaram menos tensionadas (mais homogêneas) e o processo permitiu um resultado mais confiável e com menor variação.

A condição C2 apresentou resistência à flexão mais alta em relação a C1 e C3, porém com uma variação de 16,2%. A C3 apresentou resistência semelhante a C2, porém com variação de 19,9%.

Estes resultados de resistência à flexão são aceitáveis, se comparados aos obtidos por Börger (et. al, 2002) que obteve valores entre 343 e 354 MPa em discos cerâmicos produzidos por prensagem uniaxial.

#### 4.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS RESULTADOS

Todos os itens analisados, i.e. dimensionais, geométricos e estruturais, apresentam distribuição normais para os resultados obtidos.

De acordo com a análise estatística apresentada no apêndice B não existem diferenças significativas entre as três condições nas etapas a verde e pós sinterização para os resultados da avaliação dimensional e geométrica.

Analisando estes resultados quanto a identificar diferenças significativas entre os resultados, apenas a planicidade em 90%.D nas amostras da etapa a verde, porém apresentou diferença significativa somente entre as três condições C1 e C3.

Nas matrizes de correlação (apêndice B) observa-se que na etapa a verde existe uma correlação moderada entre circularidade e planicidade e uma correlação fraca entre contração

e circularidade. Na etapa sinterizada existe uma correlação moderada entre a contração e a circularidade e uma correlação fraca entre circularidade e planicidade.

A análise de variância, apresentada no apêndice C, mostra que para a densidade a verde os resultados são significativamente distintos. Já para os resultados de densidade sinterizada e resistência à flexão os valores não são significativamente distintos, ou seja, não existe diferença entre as condições de injeção no que diz respeito às amostras pós sinterização. Neste mesmo apêndice é possível perceber que não existe correlação entre os resultados de densidade (verde e sinterizada) e a resistência à flexão para nenhuma das fases de processo, ou seja, não se pode afirmar que exista dependência entre estas variáveis.

## 5 CONCLUSÕES

Este trabalho avaliou três diferentes condições de resfriamento do molde no processo de injeção em baixa pressão de discos cerâmicos, onde foram variadas a temperatura do molde e o método de resfriamento. Foi possível perceber a influência da temperatura no processo de injeção e como afeta as propriedades do produto injetado, sendo essas, geometria e estrutura.

O molde de injeção experimental foi desenvolvido com um circuito de refrigeração controlado. Com este molde foi possível realizar um experimento em condições controladas e com uniformidade na produção das amostras de estudo.

Foram confeccionadas cavidades para produção de dois tipos de amostras, discos grandes e discos pequenos. Os discos grandes mostraram-se apropriados para fornecer resultados dimensionais e geométricos confiáveis. As cavidades confeccionadas para injeção simultânea de quatro discos pequenos mostraram-se adequadas para avaliação de densidade e resistência à flexão, pois as injeções realizadas foram simples e rápidas, atendendo a necessidade de produzir maior quantidade de amostras.

O método de ensaio biaxial de uma esfera sobre três esferas (*Ball on three ball*) é adequado ao processo de moldagem por injeção em baixa pressão, pois as amostras injetadas são diretamente ensaiadas, não existindo a necessidade de cortes ou usinagens para obtenção dos corpos-de-prova.

O dispositivo, projetado e desenvolvido, para o teste de resistência à flexão apresentou excelentes resultados, facilidade de manipulação e praticidade na realização dos ensaios. O mesmo não apresentou desgaste e poderá ser utilizado em ensaios futuros.

Como pode ser verificado no capítulo 4, não se pode afirmar que uma das condições de injeção foi a melhor, visto que, os resultados indicaram distinção apenas na propriedade de densidade a verde. Analisando os resultados das médias, pode-se obter melhor condição dimensional e geométrica utilizando alta taxa de resfriamento (C2), menor variação de resistência utilizando baixa taxa de resfriamento (C1) e menor tempo de ciclo utilizando o processo de resfriamento contínuo (C3).

Como a análise estatística não mostrou resultados finais significativamente distintos sugere-se a condição C3, pois do ponto de vista de produção apresenta o menor tempo de ciclo, além de necessidade de menor aparato para produção.

Testes com pressões de injeção acima de 450kPa, por exemplo, 600kPa, devem ser realizados para avaliar o efeito sobre as propriedades estudadas. Tais testes não foram realizados por limitações da máquina na época do desenvolvimento desse trabalho.

Para aprofundar os resultados deste trabalho existe a necessidade de realizar um estudo sobre a distribuição do tamanho dos poros em amostras confeccionadas com as mesmas condições de injeção, a fim de identificar os fatores de impacto desta distribuição nos defeitos das peças cerâmicas, bem como em suas propriedades dimensionais e estruturais.

Análises, através de simulações de injeção, poderiam ser utilizadas para uma comparação com os resultados experimentais. Com isso, será possível analisar a refrigeração do molde e os reflexos no empenamento das peças cerâmicas injetadas, além de identificar a influência do resfriamento no fluxo de material fundido e a formação de bolhas de ar no interior da cavidade. Para realizar análises através de simulação de injeção torna-se necessário o levantamento das curvas p-v-T (pressão-volume-temperatura) da suspensão cerâmica (*feedstock*).

## 6 REFERÊNCIAS

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 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.

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.

BRUSAMARELLO, V. J.; BALBINOT, A. **Instrumentação e fundamentos de medidas.** Rio de Janeiro, RJ: LTC, 2006-2007. 2 v.

CALLISTER, W.D.,. **Materials science and engineering: an introduction.** 7.ed. New York, N.Y.: J. Wiley, 2006. xxi, 975 p. ISBN 0471736961.

CARTER, C.B., NORTON, M.G. **Ceramic Materials – Science and Engineering.** New York, Springer, 2007. xxii, 716p, ISBN 0387462708.

COSTA, B. J. **Processamento químico de pós cerâmicos para a produção de cerâmicas avançadas.** Curitiba, PR: TECPAR, 1993. 41 p. (Boletim técnico.TECPAR ;66)

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.** 12<sup>o</sup> Conference on Materials, Process, Friction and Wear, Vela Luka, 21-23.06.2007.

DINGER, D. R., **Characterization techniques for ceramists.** Clemson, SC: D. Dinger, 2005. 270 p. ISBN 0971569665.

ERICKSON, A.R., AMAYA, H.E. **Recent development in injection molding of p/m parts.** International Conference – Materials by powder Technology, 1993, pp 145-155.

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

HARPER, C. A. **Handbook of ceramics, glasses, and diamonds.** New York, N.Y.: McGraw-Hill, 2001. xv, 848 p (Materials engineering) ISBN 007026712X.

KNITTER, R., HAUBELT, J., LOEBBECKE, B. **Rheological properties of alumina feedstocks for the low-pressure injection moulding process.** Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, pp 1595-1602, 2009.

LIDE, D. R., **Handbook of Chemistry and Physics.** 85<sup>a</sup>ed., New York: CRC Press. 2004-2005.

MENGES, Georg; MOHREN, Paul; MICHAELI, Walter. **How to make injection molds.** 3.ed. Munich, GW: Hanser Publishers, c2001. xix, 612 p. ISBN 9781569902820.

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.

MÜLLER, M., BAUER, W., RITZHAUPT-KLEISSL, H.J. **Low-pressure Injection Molding of Ceramic Micro Device using sub-micron and Nanoscaled Powders.** 4M Conference. p.203- 206, 2005.

MUNRO, R. G., **Evaluated Material Properties for a Sintered Alfa-Alumina.** Journal of the American Ceramic Society, vol. 80, no. 8, pp. 1919-1928, 1997.

MUNZ, D.; FETT, T. **Ceramics: mechanical properties, failure behaviour, materials selection.** Germany: Springer, 1999. 298 p. (Springer series in materials science ;36)

MUTSUDDY, B.C.; FORD, R. **Ceramic injection molding.** London: Chapman & Hall, 1995. 368 p. ISBN 0412538105

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.

PELTSMAN, M., MEDVEDOVSKI, E. **Low pressure moulding mass production technology of complex shape advanced ceramic components.** Advances in Applied Ceramics, vol.111, no. 5&6, pp 333-344, 2012.

REED, J.S., **Principles of Ceramics Processing.** John Wiley: 2 ed., New York, 1995.

REES, H. **Mold engineering.** New York, U.S.: Hanser, 1995. 621p. ISBN 1569901317.

RICHERSON, D. W. **Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design**. 3.ed. Boca Raton, Fl: Taylor & Francis Group, 2006. 707 p. (Materials engineering ; 29) ISBN 1574446932.

RÖDEL, J., KOUNGA, A.B.N., WEISSENBERG-EIBL, M., KOCH, D., BIERWISCH, A., ROSSNER, W., and HOFFMANN, M.J. **Development of a Roadmap for Advanced Ceramics: 2010-2025**. Journal of the European Ceramic Society, vol. 29, no. 9, pp. 1549-1560, 2009.

VAN VLACK, L. H.. **Propriedades dos materiais cerâmicos**. São Paulo: E. Blücher, 1973. 318 p.

ZAMPIERON, J.V. **Caracterização física de partículas e reológica de um sistema heterogêneo em moldagem de pós por injeção a baixa pressão**. São Paulo, SP, 2001. 137f. :Tese de Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear – Ipen.

ZHANG, H., GERMAN, R.M., BOSE, A. **Wick debinding distortion of injection molded powder compacts**. International Journal of Powder Metallurgy, no. 3, vol. 26, pp 217-230, 1990.

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

ZORZI, J.E., **Hard-skin development during binder removal from Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> base Green ceramic bodies**. Journal of Materials Science, v. 37, p. 1801-1807, 2002.

ZORZI, J.E., PEROTTONI, C.A., JORNADA, J.A., **Moldagem por injeção em baixa pressão de peças complexas de cerâmicas avançadas produzidas com pós submicrométricos**. Cerâmica, v. 50, p. 202-208, 2004.

**APÊNDICE A – SÍMBOLOS E ABREVIATURAS**

$D$	Densidade da amostra
$d_{\text{água}}$	Densidade da água na temperatura do ensaio
e.g.	por exemplo
et al.	E outros
i.e.	isto é
$m_{\text{seco}}$	Massa a seco da amostra
$m_{\text{submersa}}$	Massa submersa em água da amostra
$\rho_v$	Densidade a verde da amostra
$\rho_s$	Densidade sinterizada da amostra
Pós RVO	Pós-remoção de veículo orgânico por leito de pó
Pós PST	Pós pré-sinterização
Pós ST	Pós-sinterização
RVO	Remoção de veículo orgânico por leito de pó
PST	Pré-sinterização
ST	Sinterização
$\tau_{\text{máx.}}$	Tensão máxima
V.O.	Veículo orgânico

## APÊNDICE B – ANÁLISE DIMENSIONAL E GEOMÉTRICA

### Comparativo entre os processos com relação à contração – etapa A VERDE

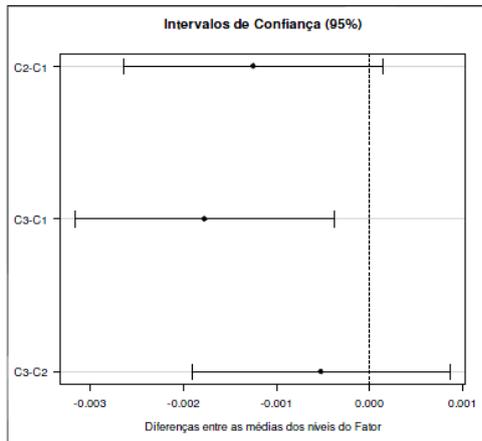
TESTE DE TUKEY

DADOS DO PROCESSO

Tabela da Anova					
	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator	200,00%	0,00%	6,61E-06	5,44	1,25%
Resíduos	2100,00%	0,00%	1,21E-06		

PROCESSO	VERDE
C1	1,32%
C1	1,33%
C1	1,14%
C1	1,33%
C1	1,14%
C1	1,23%
C1	1,13%
C1	1,02%
C2	1,16%
C2	1,10%
C2	0,95%
C2	1,06%
C2	0,92%
C2	1,32%
C2	1,11%
C2	1,01%
C3	1,06%
C3	1,12%
C3	0,91%
C3	1,06%
C3	1,01%
C3	1,03%
C3	1,11%
C3	0,92%

Níveis	Centro	Limite.Inferior	Limite.Superior	P-valor
C2-C1	-0,12%	-0,26%	0,01%	8,34%
C3-C1	-0,18%	-0,32%	-0,04%	1,12%
C3-C2	-0,05%	-0,19%	0,09%	61,82%



### Comparativo entre os processos com relação à contração – etapa SINTERIZADA

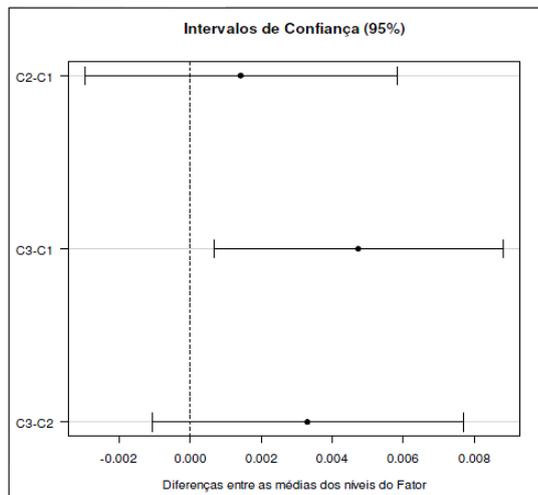
TESTE DE TUKEY

DADOS DO PROCESSO

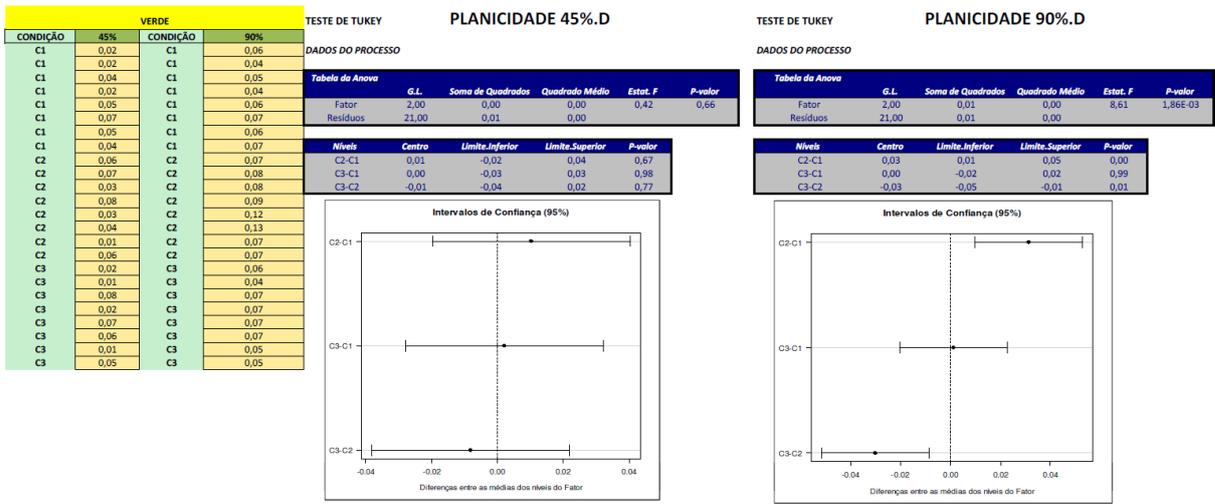
Tabela da Anova					
	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator	200,00%	0,00%	0,00%	580,48%	2,77%
Resíduos	800,00%	0,00%	0,00%		

Níveis	Centro	Limite.Inferior	Limite.Superior	P-valor
C2-C1	0,14%	-0,30%	0,58%	63,49%
C3-C1	0,48%	0,07%	0,88%	2,49%
C3-C2	0,33%	-0,11%	0,77%	13,99%

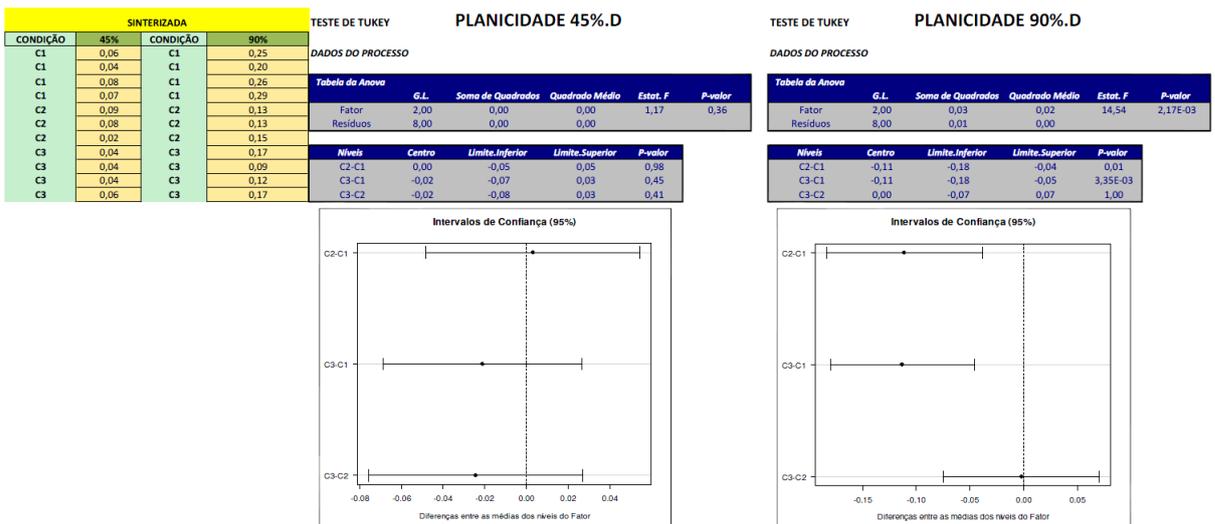
CONDIÇÃO	PÓS PST
C1	-15,68%
C1	-15,91%
C1	-15,55%
C1	-15,40%
C2	-15,76%
C2	-15,38%
C2	-15,34%
C3	-15,33%
C3	-15,03%
C3	-15,03%
C3	-15,26%



Comparativo entre os processos com relação à planicidade – etapa A VERDE



Comparativo entre os processos com relação à planicidade – etapa SINTERIZADA



Comparativo entre os processos com relação à circularidade – etapa A VERDE

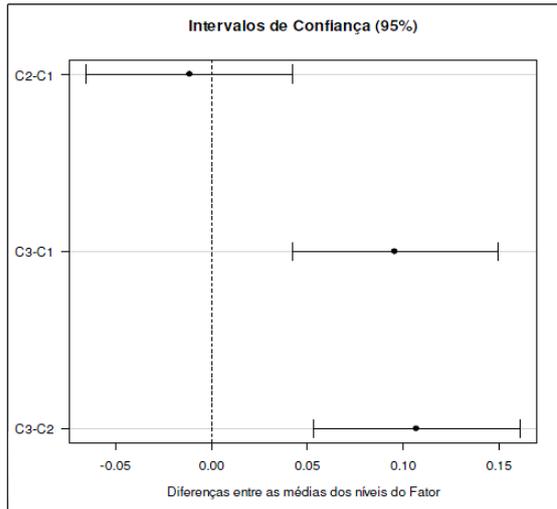
TESTE DE TUKEY

DADOS DO PROCESSO

Tabela da Anova					
	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator	2,00	0,06	0,03	15,32	7,90E-05
Resíduos	21,00	0,04	0,00		

VERDE	
CONDIÇÃO	CIRCULARIDADE
C1	0,27
C1	0,17
C1	0,15
C1	0,17
C1	0,24
C1	0,17
C1	0,14
C1	0,22
C2	0,18
C2	0,19
C2	0,23
C2	0,17
C2	0,16
C2	0,14
C2	0,17
C2	0,19
C3	0,26
C3	0,34
C3	0,18
C3	0,32
C3	0,26
C3	0,33
C3	0,30
C3	0,30

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C2-C1	-0,01	-0,07	0,04	0,86
C3-C1	0,10	0,04	0,15	5,49E-04
C3-C2	0,11	0,05	0,16	1,56E-04



Comparativo entre os processos com relação à circularidade – etapa SINTERIZADA

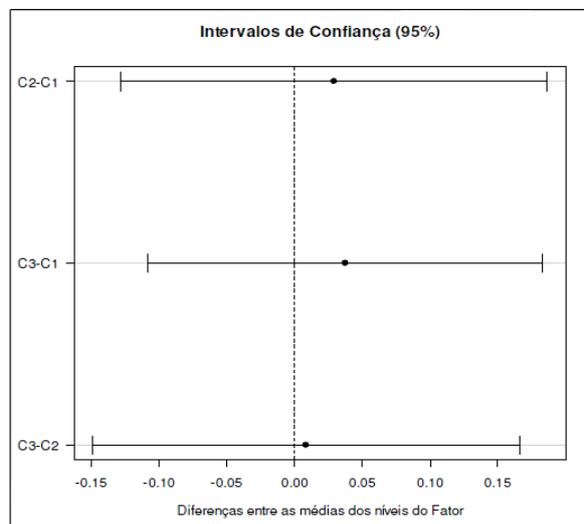
TESTE DE TUKEY

DADOS DO PROCESSO

Tabela da Anova					
	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	Estat. F	P-valor
Fator	2,00	3,06E-03	1,53E-03	0,30	0,75
Resíduos	8,00	0,04	0,01		

SINTERIZADA	
CONDIÇÃO	CIRCULARIDADE
C1	0,26
C1	0,12
C1	0,13
C1	0,27
C2	0,17
C2	0,27
C2	0,23
C3	0,34
C3	0,21
C3	0,20
C3	0,17

Níveis	Centro	Limite Inferior	Limite Superior	P-valor
C2-C1	0,029	-0,128	0,186	0,859
C3-C1	0,038	-0,108	0,183	0,749
C3-C2	0,008	-0,149	0,166	0,987



### Correlação da fase a verde

PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C1	0,06	-1,32%	0,27
C1	0,04	-1,33%	0,17
C1	0,05	-1,14%	0,15
C1	0,04	-1,33%	0,17
C1	0,06	-1,14%	0,24
C1	0,07	-1,23%	0,17
C1	0,06	-1,13%	0,14
C1	0,07	-1,02%	0,22
C2	0,07	-1,16%	0,18
C2	0,08	-1,10%	0,19
C2	0,08	-0,95%	0,23
C2	0,09	-1,06%	0,17
C2	0,12	-0,92%	0,16
C2	0,13	-1,32%	0,14
C2	0,07	-1,11%	0,17
C2	0,07	-1,01%	0,19
C3	0,06	-1,06%	0,26
C3	0,04	-1,12%	0,34
C3	0,07	-0,91%	0,18
C3	0,07	-1,06%	0,32
C3	0,07	-1,01%	0,26
C3	0,07	-1,03%	0,33
C3	0,05	-1,11%	0,30
C3	0,05	-0,92%	0,30

#### MATRIZ DE CORRELAÇÃO

##### DADOS DO PROCESSO

Matriz de Correlação: Pearson				
	PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
PROCESSO	1,00	0,02	0,57	0,63
PLANICIDADE	0,02	1,00	0,12	-0,42
CONTRAÇÃO	0,57	0,12	1,00	0,26
CIRCULARIDADE	0,63	-0,42	0,26	1,00

Matriz de P-valores				
	PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
PROCESSO	1,00	0,91	0,00	0,00
PLANICIDADE	0,91	1,00	0,57	0,04
CONTRAÇÃO	0,00	0,57	1,00	0,21
CIRCULARIDADE	0,00	0,04	0,21	1,00

### Correlação da fase sinterizada

PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
1	0,25	-15,68%	0,26
1	0,20	-15,91%	0,12
1	0,26	-15,55%	0,13
1	0,29	-15,40%	0,27
2	0,13	-15,76%	0,17
2	0,13	-15,38%	0,27
2	0,15	-15,34%	0,23
3	0,17	-15,33%	0,34
3	0,09	-15,03%	0,21
3	0,12	-15,03%	0,20
3	0,17	-15,26%	0,17

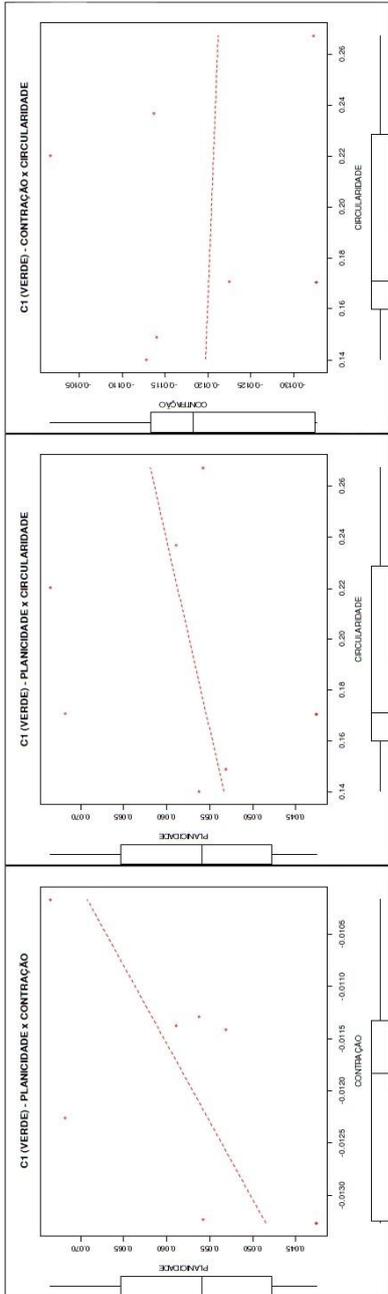
#### MATRIZ DE CORRELAÇÃO

##### DADOS DO PROCESSO

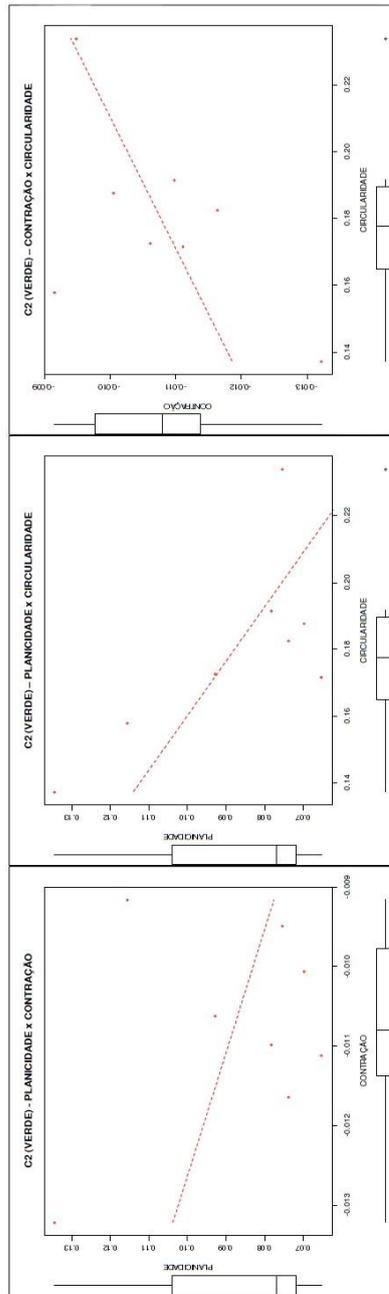
Matriz de Correlação: Pearson				
	PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
PROCESSO	1,00	-0,79	0,75	0,25
PLANICIDADE	-0,79	1,00	-0,48	-0,01
CONTRAÇÃO	0,75	-0,48	1,00	0,33
CIRCULARIDADE	0,25	-0,01	0,33	1,00

Matriz de P-valores				
	PROCESSO	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
PROCESSO	1,00	0,00	0,01	0,45
PLANICIDADE	0,00	1,00	0,13	0,98
CONTRAÇÃO	0,01	0,13	1,00	0,33
CIRCULARIDADE	0,45	0,98	0,33	1,00

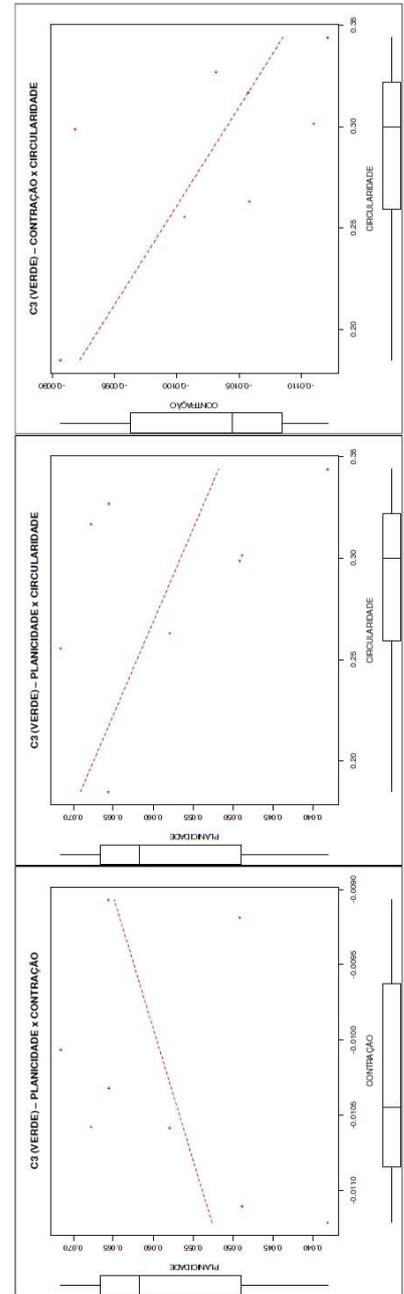
Gráficos de dispersão da fase a verde



PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C1	VERDE	0,06	-1,32%	0,27
C1	VERDE	0,04	-1,33%	0,17
C1	VERDE	0,05	-1,14%	0,15
C1	VERDE	0,04	-1,33%	0,17
C1	VERDE	0,06	-1,14%	0,24
C1	VERDE	0,07	-1,23%	0,17
C1	VERDE	0,06	-1,13%	0,14
C1	VERDE	0,07	-1,02%	0,22

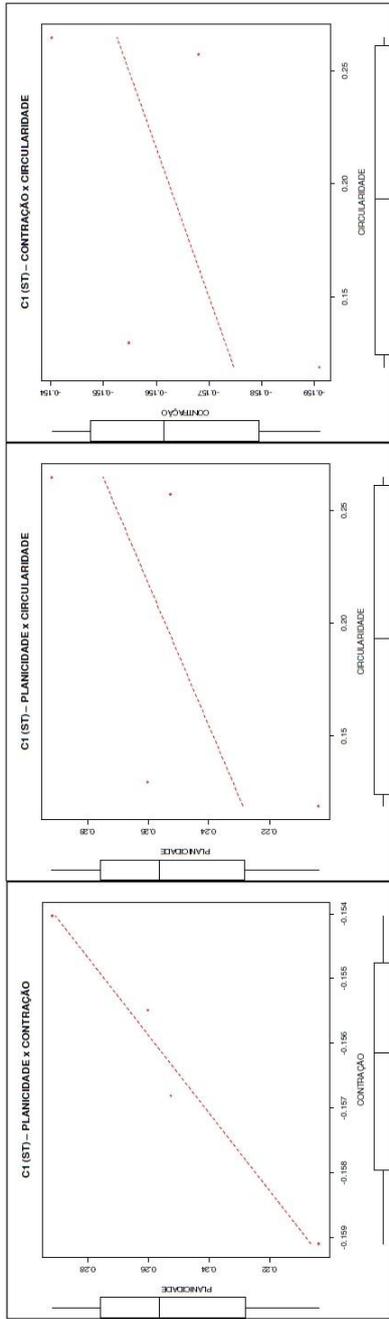


PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C2	VERDE	0,07	-1,16%	0,18
C2	VERDE	0,08	-1,10%	0,19
C2	VERDE	0,08	-0,95%	0,23
C2	VERDE	0,09	-1,06%	0,17
C2	VERDE	0,12	-0,92%	0,16
C2	VERDE	0,13	-1,32%	0,14
C2	VERDE	0,07	-1,11%	0,17
C2	VERDE	0,07	-1,01%	0,19

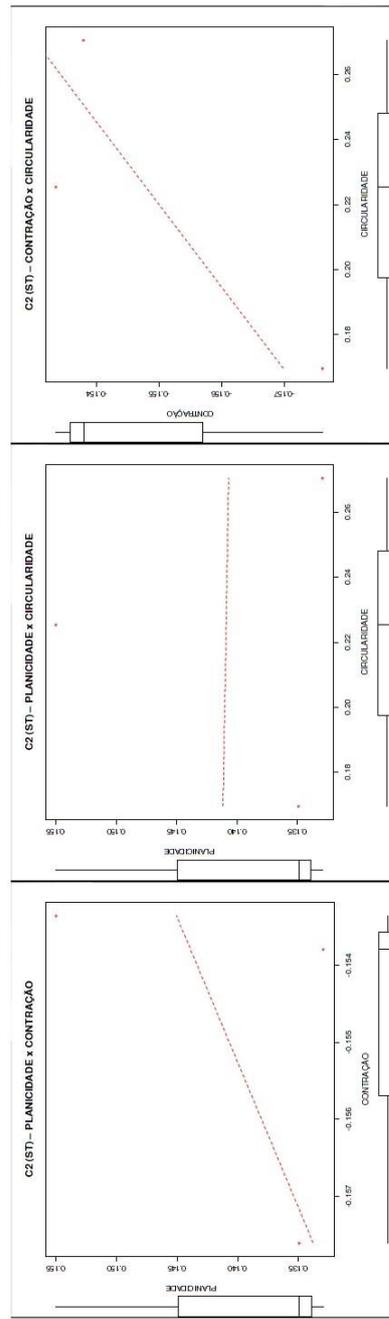


PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C3	VERDE	0,06	-1,06%	0,26
C3	VERDE	0,04	-1,12%	0,34
C3	VERDE	0,07	-0,91%	0,18
C3	VERDE	0,07	-1,06%	0,32
C3	VERDE	0,07	-1,01%	0,26
C3	VERDE	0,07	-1,03%	0,33
C3	VERDE	0,05	-1,11%	0,30
C3	VERDE	0,05	-0,92%	0,30

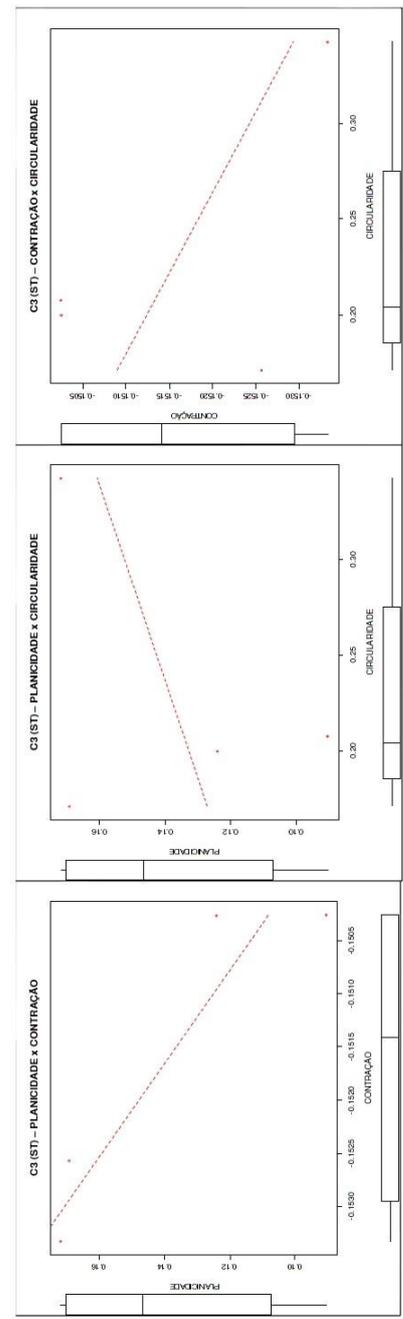
Gráficos de dispersão da fase sinterizada



PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C1	ST	0,25	-15,68%	0,26
C1	ST	0,20	-15,91%	0,12
C1	ST	0,26	-15,55%	0,13



PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C2	ST	0,13	-15,76%	0,17
C2	ST	0,13	-15,38%	0,27
C2	ST	0,15	-15,34%	0,23



PROCESSO	FASE	PLANICIDADE	CONTRAÇÃO	CIRCULARIDADE
C3	ST	0,17	-15,33%	0,34
C3	ST	0,09	-15,03%	0,21
C3	ST	0,12	-15,03%	0,20
C3	ST	0,17	-15,26%	0,17

## APÊNDICE C – ANÁLISE DA DENSIDADE (A VERDE E SINTERIZADA) E DA RESISTÊNCIA À FLEXÃO

Resultados médios das densidades e resistência à flexão com seus respectivos desvios

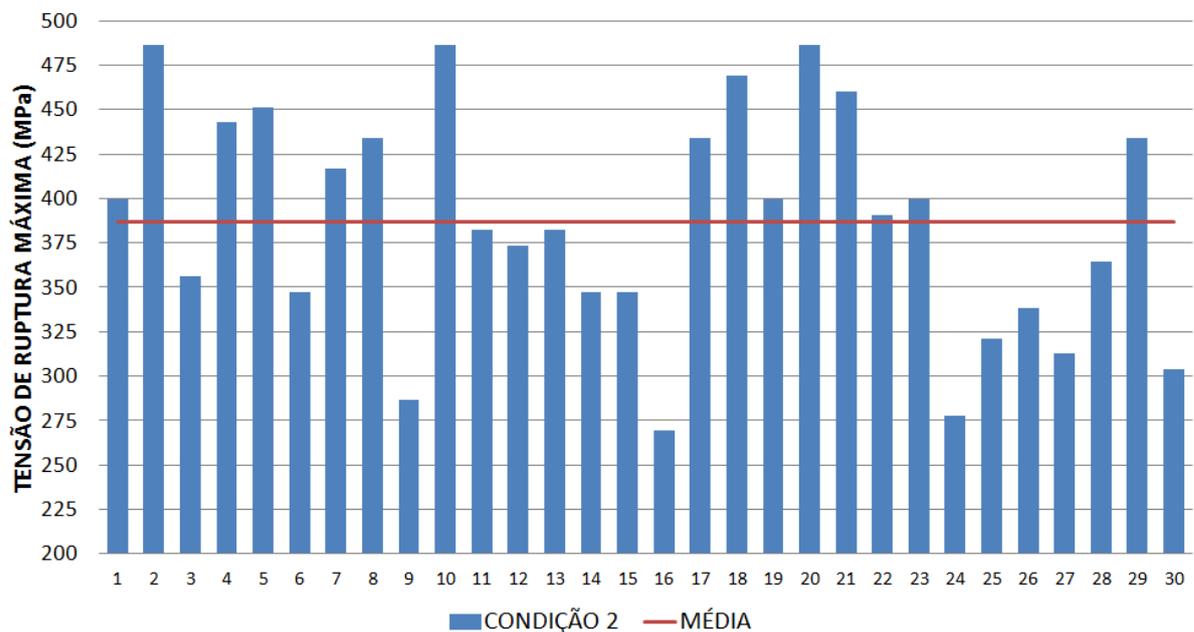
padrões:

Condições de injeção	Densidade a verde ( $\rho_v$ ) (g/cm <sup>3</sup> )	Desvio Padrão	Densidade Sinterizada ( $\rho_s$ ) (g/cm <sup>3</sup> )	Desvio Padrão	Resistência mecânica (MPa)	Desvio Padrão
C1	2,60	0,01	3,86	0,03	367,12	36,89
C2	2,62	0,02	3,83	0,07	386,63	62,80
C3	2,58	0,02	3,83	0,04	372,16	74,17



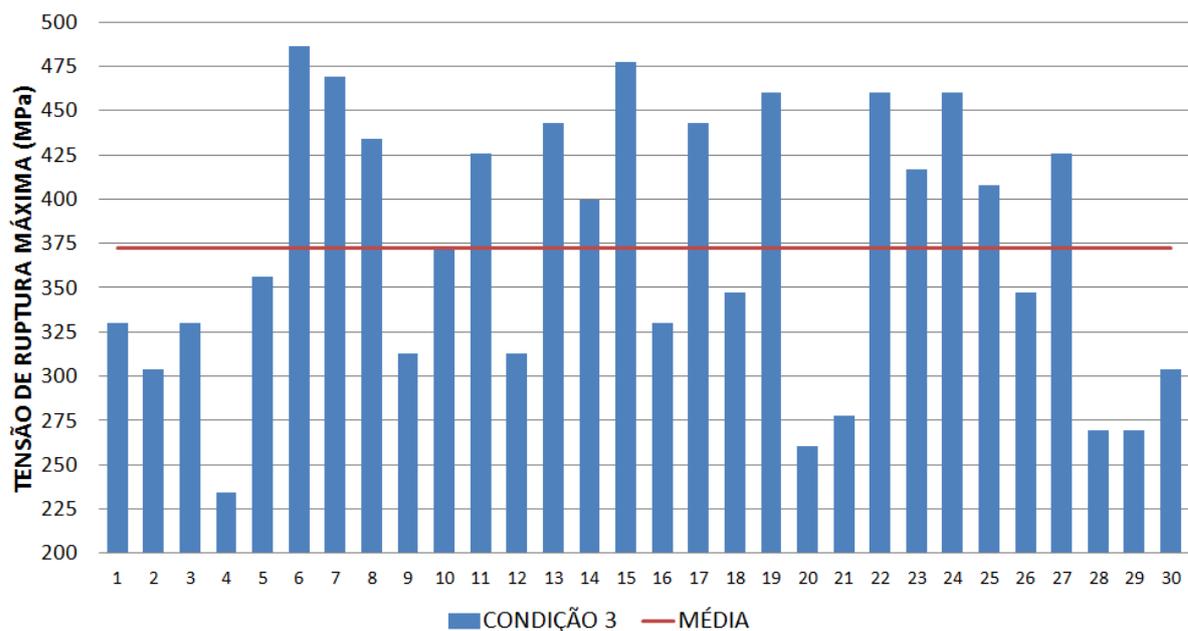
Condição 2:

CONDIÇÃO 2			
AMOSTRAS	DENSIDADE A VERDE (g/cm <sup>3</sup> )	DENSIDADE SINTERIZADA (g/cm <sup>3</sup> )	RESISTÊNCIA A FLEXÃO (MPa)
1	2,65	3,87	399,37
2	2,62	3,86	486,19
3	2,66	3,83	355,96
4	2,63	3,84	442,78
5	2,61	3,84	451,46
6	2,60	3,89	347,28
7	2,63	3,89	416,73
8	2,60	3,85	434,09
9	2,62	3,85	286,50
10	2,61	3,86	486,19
11	2,64	3,86	382,00
12	2,61	3,89	373,32
13	2,64	3,76	382,00
14	2,63	3,77	347,28
15	2,60	3,86	347,28
16	2,63	3,86	269,14
17	2,63	3,79	434,09
18	2,64	3,91	468,82
19	2,60	3,87	399,37
20	2,61	3,85	486,19
21	2,62	3,86	460,14
22	2,62	3,90	390,69
23	2,64	3,90	399,37
24	2,60	3,79	277,82
25	2,62	3,87	321,23
26	2,63	3,74	338,59
27	2,62	3,80	312,55
28	2,63	3,63	364,64
29	2,62	3,65	434,09
30	2,61	3,67	303,87
<b>MÉDIA</b>	<b>2,62</b>	<b>3,83</b>	<b>386,63</b>
<b>DESVIO PADRÃO</b>	<b>0,02</b>	<b>0,07</b>	<b>62,80</b>



## Condição 3:

CONDIÇÃO 3			
AMOSTRAS	DENSIDADE A VERDE (g/cm <sup>3</sup> )	DENSIDADE SINTERIZADA (g/cm <sup>3</sup> )	RESISTÊNCIA A FLEXÃO (MPa)
1	2,61	3,86	329,91
2	2,58	3,74	303,87
3	2,61	3,83	329,91
4	2,56	3,81	234,41
5	2,57	3,86	355,96
6	2,59	3,81	486,19
7	2,60	3,81	468,82
8	2,58	3,76	434,09
9	2,57	3,79	312,55
10	2,58	3,78	373,32
11	2,58	3,80	425,41
12	2,58	3,79	312,55
13	2,59	3,81	442,78
14	2,59	3,85	399,37
15	2,60	3,83	477,50
16	2,56	3,79	329,91
17	2,57	3,81	442,78
18	2,60	3,83	347,28
19	2,58	3,81	460,14
20	2,57	3,83	260,46
21	2,57	3,82	277,82
22	2,57	3,88	460,14
23	2,59	3,92	416,73
24	2,58	3,85	460,14
25	2,56	3,85	408,05
26	2,58	3,89	347,28
27	2,62	3,85	425,41
28	2,57	3,91	269,14
29	2,56	3,86	269,14
30	2,58	3,89	303,87
<b>MÉDIA</b>	<b>2,58</b>	<b>3,83</b>	<b>372,16</b>
<b>DESVIO PADRÃO</b>	<b>0,02</b>	<b>0,04</b>	<b>74,17</b>



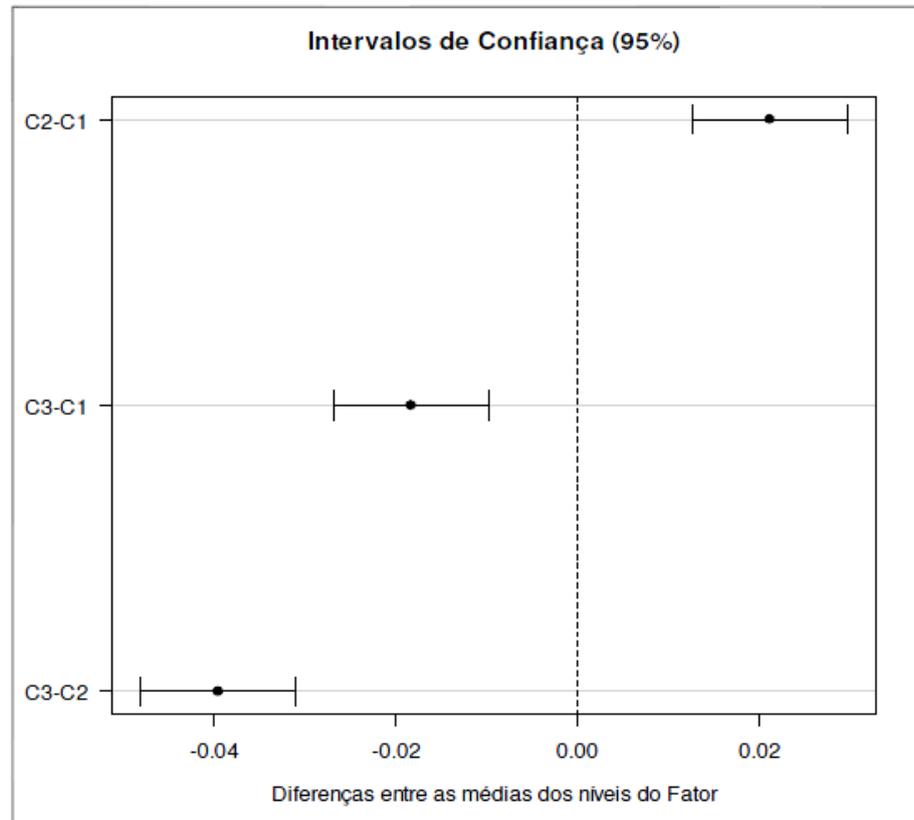
Comparativo entre os processos com relação a densidade a verde

**TESTE DE TUKEY**

**DADOS DO PROCESSO**

<b>Tabela da Anova</b>					
	<b>G.L.</b>	<b>Soma de Quadrados</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>Estat. F</b>	<b>P-valor</b>
Fator	2,00	2,36E-02	1,18E-02	61,35	2,40E-17
Resíduos	87,00	1,67E-02	1,92E-04		

<b>Níveis</b>	<b>Centro</b>	<b>Limite.Inferior</b>	<b>Limite.Superior</b>	<b>P-valor</b>
C2-C1	2,12E-02	1,27E-02	2,98E-02	1,76E-07
C3-C1	-1,84E-02	-2,69E-02	-9,83E-03	5,11E-06
C3-C2	-3,96E-02	-4,81E-02	-3,11E-02	3,09E-10



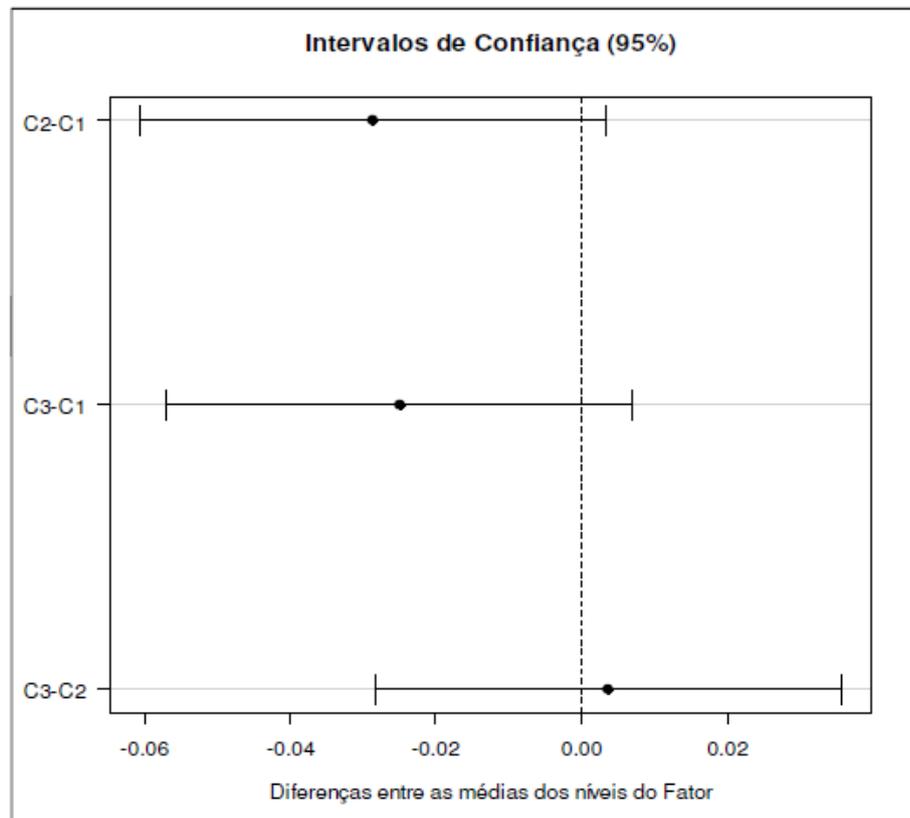
Comparativo entre os processos com relação a densidade sinterizada

**TESTE DE TUKEY**

**DADOS DO PROCESSO**

<b>Tabela da Anova</b>					
	<b>G.L.</b>	<b>Soma de Quadrados</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>Estat. F</b>	<b>P-valor</b>
Fator	2	0,01	0,01	2,71	<b>0,07</b>
Resíduos	87	0,23	0,00		

<b>Níveis</b>	<b>Centro</b>	<b>Limite.Inferior</b>	<b>Limite.Superior</b>	<b>P-valor</b>
C2-C1	-0,03	-0,06	3,30E-03	0,09
C3-C1	-0,02	-0,06	0,01	0,16
C3-C2	0,00	-0,03	0,04	0,96



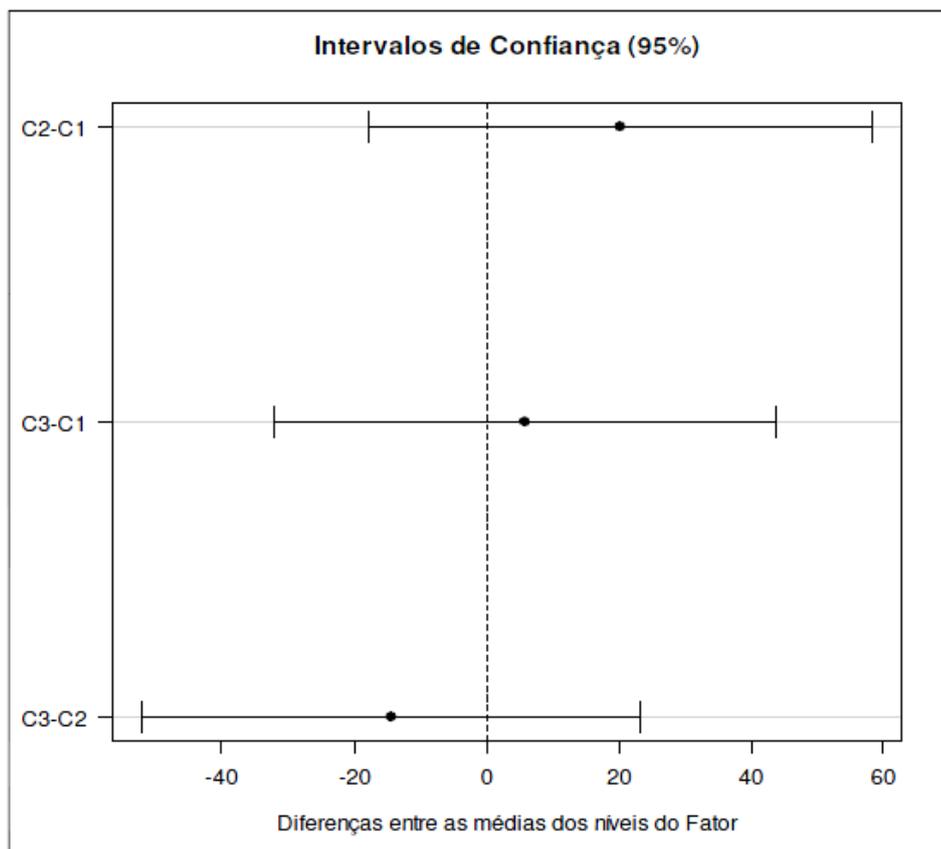
Comparativo entre os processos com relação a resistência à flexão

**TESTE DE TUKEY**

**DADOS DO PROCESSO**

<b>Tabela da Anova</b>					
	<b>G.L.</b>	<b>Soma de Quadrados</b>	<b>Quadrado Médio</b>	<b>Estat. F</b>	<b>P-valor</b>
Fator	2	6425,88	3212,94	0,86	<b>0,43</b>
Resíduos	86	321828,93	3742,20		

<b>Níveis</b>	<b>Centro</b>	<b>Limite Inferior</b>	<b>Limite Superior</b>	<b>P-valor</b>
C2-C1	20,20	-17,80	58,19	0,42
C3-C1	5,73	-32,27	43,72	0,93
C3-C2	-14,47	-52,14	23,20	0,63



## Correlação entre densidade a verde, densidade sinterizada e resistência à flexão

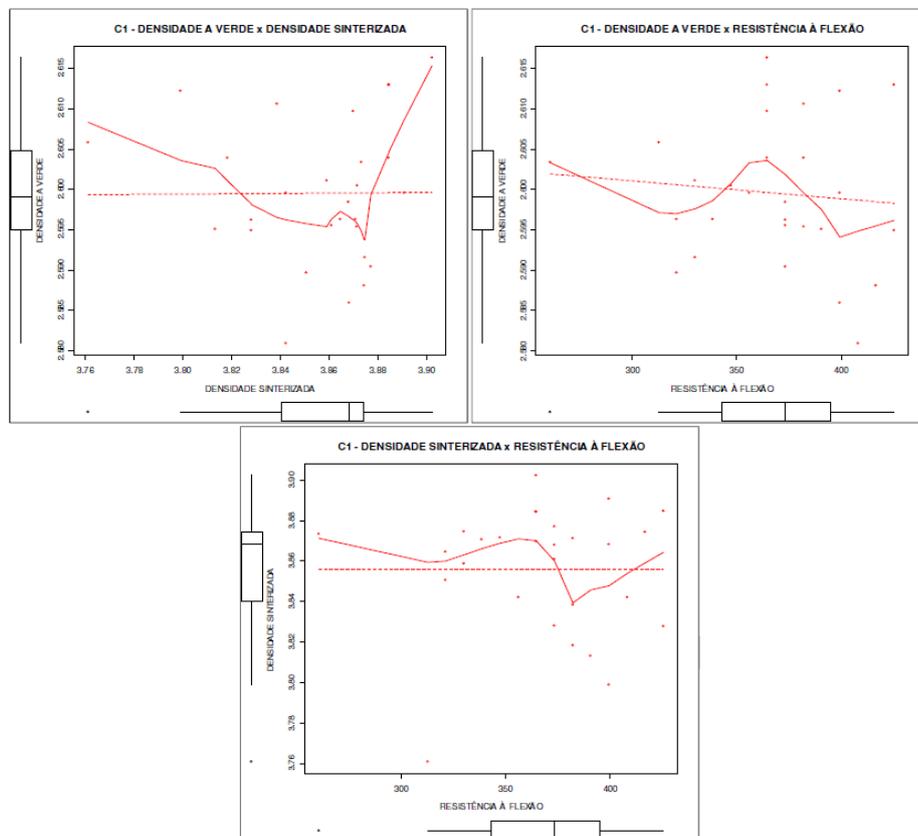
### MATRIZ DE CORRELAÇÃO

#### DADOS DO PROCESSO

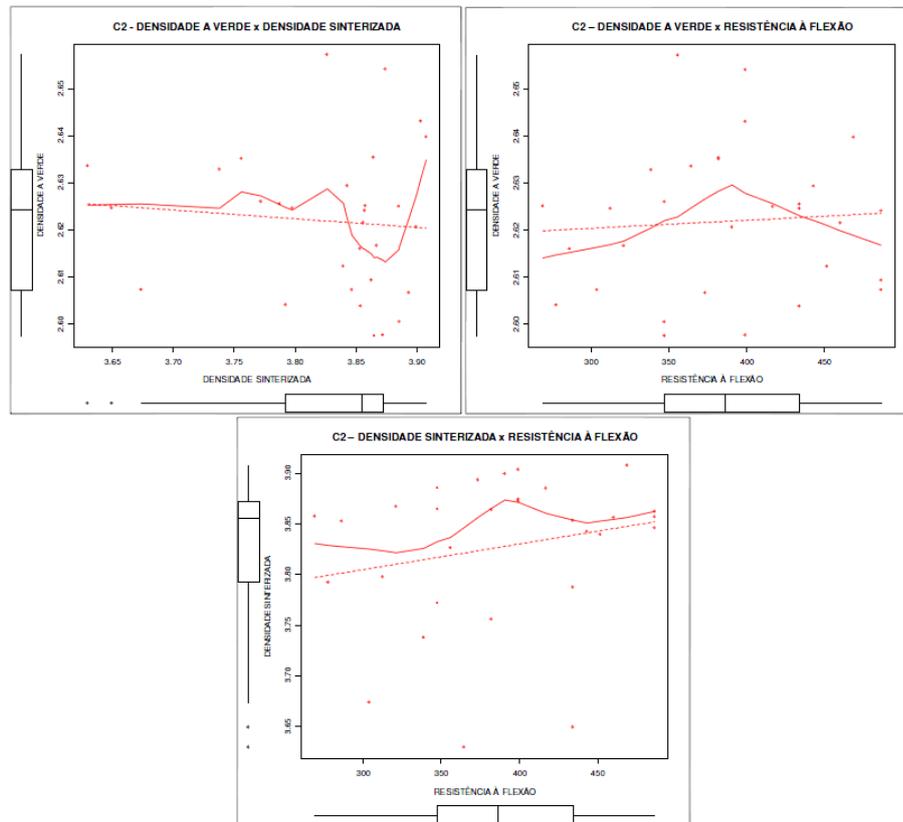
<i>Matriz de Correlação: Pearson</i>				
	CONDIÇÃO	DV	DS	RF
CONDIÇÃO	1	-0,34	-0,19	0,03
DV	-0,34	1	-0,06	0,19
DS	-0,19	-0,06	1	0,06
RF	0,03	0,19	0,06	1

<i>Matriz de P-valores</i>				
	CONDIÇÃO	DV	DS	RF
CONDIÇÃO	1	1,04E-03	0,07	0,78
DV	1,04E-03	1	0,61	0,07
DS	0,07	0,61	1	0,56
RF	0,78	0,07	0,56	1

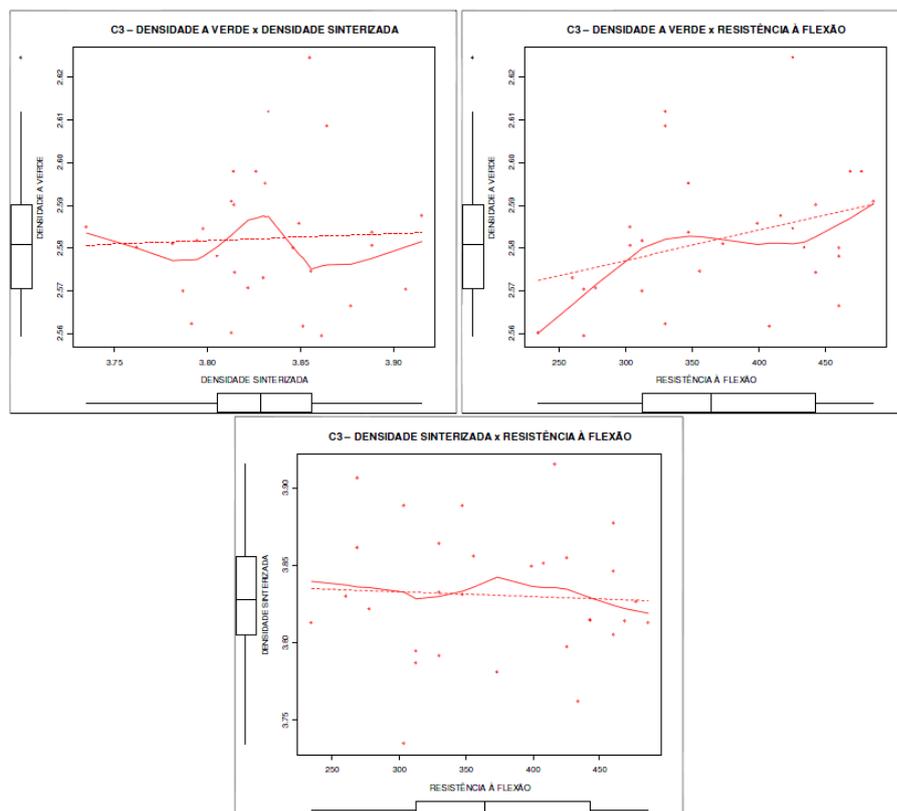
### Gráficos de dispersão para a condição 1



### Gráficos de dispersão para a condição 2



### Gráficos de dispersão para a condição 3



**APÊNDICE D – AMOSTRAS FRATURADAS**