# PROJETO, FABRICAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO PRELIMINAR DE UM FGM α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-β-SiC<sub>w</sub> + WC-Co

# Luma G. Fraga<sup>1\*</sup>, Izabel F. Machado<sup>2</sup> e Marcelo B. Carneiro<sup>1</sup>

- 1 Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, Universidade Federal do Espírito Santo (UFES), Vitória, ES. Avenida Fernando Ferrari, 514, Vitória, CEP 29075-910, ES. luma.fraga@edu.ufes.br
  - 2 Departamento de Engenharia Mecatrônica e Sistemas Mecânicos, Escola Politécnica, Universidade de São Paulo (USP).

#### **RESUMO**

A usinagem é um processo de fabricação que utiliza ferramentas de corte que precisam manter as suas propriedades mecânicas e químicas a elevadas temperaturas. Devido à dificuldade de agrupar todas as propriedades em um único material de engenharia, surgem os Materiais em Gradação Funcional (FGMs). Estes possuem duas ou mais fases variando uma em relação à outra, criando um gradiente intencional de propriedades ao longo do material. O objetivo do trabalho é projetar, fabricar e caracterizar um FGM em camadas composto por Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub> formando um gradiente com WC-Co, para aplicação como ferramenta de corte. O projeto estrutural se baseia em uma avaliação preditiva de tensão residual, por meio de um modelo analítico. A fabricação ocorreu por metalurgia do pó e a sinterização por corrente elétrica pulsada (PECS), com temperatura e tempo de patamar de 1450°C e 7 min, respectivamente. O sinterizado foi caracterizado por microscopia óptica e a densidade pelo princípio de Arquimedes. Os resultados de tensão residual indicaram tensão de tração nas primeiras camadas. A sinterização teve início a partir dos 700°C, com a ocorrência de grandes deslocamentos. A avaliação por microscopia óptica evidenciou o gradiente em camadas e a ausência de trincas de origem térmica. Por fim, a sinterização por PECS viabilizou a fabricação de um material com densidade relativa de 98,61%.

**Palavras-chave:** Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub>, FGM, Tensão Residual, PECS, Densidade.

# INTRODUÇÃO

A usinagem é um dos processos de fabricação mais difundidos na indústria manufatureira, promovendo a remoção de material na forma de cavaco. Para isso, utiliza-se ferramentas de corte, as quais devem possuir inércia química, elevada dureza, resistência ao desgaste e boa tenacidade à fratura<sup>(1)</sup>. Os metais duros são materiais de ferramenta que possuem uma boa combinação entre dureza e tenacidade à fratura. Enquanto, as ferramentas cerâmicas a base de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> possuem elevada dureza, resistência ao desgaste e estabilidade química, permitindo a usinagem de materiais endurecidos e superligas com maiores taxas de remoção de material<sup>(1,2)</sup>. No entanto, a baixa tenacidade à fratura delas limita a sua ampla aplicação. A fim de aumentar a tenacidade à fratura das cerâmicas, alguns mecanismos de tenacificação podem ser utilizados, como dispersão de segunda fase, adição de fibras e transformação de fase da zircônia<sup>(2,3)</sup>.

Os materiais em gradação funcional (*Functionally Graded Material* - FGM) são uma alternativa para melhorar as propriedades térmicas e mecânicas dessas ferramentas<sup>(3)</sup>. Os FGMs são materiais não homogêneos com propriedades não uniformes. A gradação é alcançada ao combinar duas ou mais fases em que a fração volumétrica de uma aumenta em relação à outra ao longo do volume em uma ou mais direções<sup>(4)</sup>.

A metalurgia do pó é apontada como uma rota de fabricação de FGMs, pois permite a mistura gradual dos pós, liberdade de formas e controle da microestrutura<sup>(4)</sup>. O processo de sinterização por corrente elétrica pulsada (*Pulsed Electric Current Sintering* - PECS) produz materiais densos em um curto tempo, por meio de aplicação de pressão e calor simultaneamente sobre a matriz e/ou pó<sup>(5)</sup>.

O objetivo do trabalho é descrever o projeto de um FGM composto de  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> +  $\beta$ -SiC<sub>w</sub> + Y-ZrO<sub>2</sub> e WC-Co, utilizando um modelo de predição de tensão residual térmica. Em seguida, fabricá-lo via sinterização por corrente elétrica pulsada (PECS). Caracterizar os pós por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Finalmente, avaliar o gradiente do sinterizado por microscopia óptica, bem como a sua densidade pelo princípio de Arquimedes.

#### MATERIAIS E MÉTODOS

#### **Materiais**

Foram utilizados para compor o FGM alumina ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 0,2  $\mu$ m de tamanho médio de partícula, 3,97 g/cm³, E=380 GPa,  $\alpha$ =8,5x10<sup>-6</sup>°C<sup>-1</sup>, NanoAmor), carboneto de silício *whiskers* ( $\beta$ -SiC<sub>w</sub>, 0,1-2,5  $\mu$ m e 2-50  $\mu$ m, 3,22 g/cm³, E=578 GPa,  $\alpha$ =4,6x10<sup>-6</sup>°C<sup>-1</sup>, NanoAmor), zircônia (Y-ZrO<sub>2</sub>, 0,04  $\mu$ m, 5,84 g/cm³, E=220 GPa,  $\alpha$ =10,8x10<sup>-6</sup>°C<sup>-1</sup>, NanoAmor) e metal duro (WC-Co, 1,5  $\mu$ m, 14,90 g/cm³, E=630 GPa,  $\alpha$ =5,5x10<sup>-6</sup>°C<sup>-1</sup>, Sandvik).

## Projeto de tensão residual

O projeto estrutural do FGM foi baseado no modelo de predição de tensão residual unidirecional de Ravichandran<sup>(6)</sup>. A variação dos materiais ao longo do FGM origina um equilíbrio de tensões entre tração e compressão ( $\sigma_t$ ), Equação (A), em razão da contração e expansão do material. Devido à assimetria de tensões ( $\sigma_t$ ) surge um equilíbrio de momento ( $M_t$ ), Equação (B). A tensão de flexão ( $\sigma_b$ ), Equação (C), ocorre devido ao momento ( $M_t$ ), resultando na compressão de uma superfície e, por consequência, na tração da outra. Assim, a tensão residual predita do material é dada por uma combinação entre as Equações (A), (B) e (C), em função do módulo de elasticidade (E) e do coeficiente de expansão térmica ( $\alpha$ ), que variam conforme a fração volumétrica ao longo do material (y), e da variação da temperatura de sinterização  $\Delta T^{(6)}$ .

$$\sigma_t(y) = \alpha(y) \cdot E(y) \cdot \Delta T - E(y) \cdot \frac{\int_{-y}^{y} \alpha(y) \cdot E(y) \cdot \Delta T dy}{\int_{-y}^{y} E(y) dy}$$
(A)

$$M_t(y) = \int_{-y}^{y} \sigma_t(y) \cdot y dy$$
 (B)

$$\sigma_b(y) = M_t \cdot E(y) \cdot \frac{y \int_{-y}^{y} E(y) dy - \int_{-y}^{y} E(y) \cdot y dy}{\int_{-y}^{y} E(y) dy \cdot \int_{-y}^{y} E(y) \cdot y^2 dy - \left[\int_{-y}^{y} E(y) \cdot y dy\right]^2} \quad (C)$$

#### Preparação e caracterização dos pós

A cerâmica avançada foi definida como uma combinação entre α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, β-SiC<sub>w</sub> e Y-ZrO<sub>2</sub>. A mistura dos pós ocorreu em meio líquido de álcool isopropílico em um agitador (modelo Wagner, New Lab). Em seguida, a mistura foi seca em estufa (modelo NL80/42, New Lab) e desaglomerada no agitador citado. Com a finalidade de caracterizar as fases presentes na cerâmica avançada, a mistura foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV) (modelo Quanta FEG650, FEI). Após definida a gradação entre os materiais, a mistura foi realizada novamente entre o WC-Co e a cerâmica avançada em proporção para cada camada.

# Sinterização por PECS

Após realizadas as misturas dos pós, cada camada foi depositada manualmente em uma matriz de grafite (MBIS60X, Morganite) revestida com folhas de grafite (Grafoil GTB, Morganite) para evitar a adesão entre os pós e a matriz. A sinterização ocorreu na máquina de corrente elétrica pulsada (modelo 1050 SPS, Syntex Inc.) com controle automático do ciclo de pressão e temperatura. Os parâmetros utilizados foram pressão uniaxial constante de 50 MPa, pulso DC 12 On 2 Off com duração de 3,3 ms, atmosfera em vácuo de 10 Pa. A taxa de aquecimento aplicada foi de aproximadamente 100°C/min, com patamar térmico de 1450°C por 7 min. O ciclo completo durou 36 min.

#### Caracterização da amostra sinterizada

A seção transversal foi avaliada em estereomicroscópio óptico (300x Eakins) a fim de observar a presença ou ausência de trincas de origem térmica, assim como evidenciar as camadas do material.

A densidade relativa foi avaliada segundo o princípio de Arquimedes, conforme a norma ABNT NBR ISO  $10545-3^{(7)}$ . As massas seca  $(m_1)$ , úmida  $(m_2)$  e suspensa  $(m_3)$  foram medidas em balança de precisão (modelo AD200, Marte). Assim, a densidade experimental  $(\rho_{exp})$  pode ser determinada pela Equação (D), em que  $\rho_{H20}$  é a densidade da água destilada.

$$\rho_{exp} = \frac{m_1}{m_2 - m_3} \cdot \rho_{H20} \tag{D}$$

A densidade teórica ( $\rho_{teo}$ ), pode ser calculada a partir da regra das misturas inversa. A densidade relativa ( $\rho_{rel}$ ) é obtida pela razão entre a densidade experimental ( $\rho_{exp}$ ) e a densidade teórica ( $\rho_{teo}$ ), Equação (E) <sup>(7)</sup>.

$$\rho_{rel} = \frac{\rho_{exp}}{\rho_{teo}} \cdot 100 \tag{E}$$

#### RESULTADOS E DISCUSSÃO

#### Projeto de tensão residual

O resultado obtido a partir do modelo de tensão residual é apresentado na Tabela 1. É possível notar que existe uma tensão de tração na primeira camada, composta por 100%  $\alpha$ -Al $_2$ O $_3$  +  $\beta$ -SiC $_w$  + Y-ZrO $_2$ . Essa tensão surge devido à adição de metal duro. Uma vez que a última camada é a mais rica em metal duro (35% $_{vol}$ ), ela se contrai mais que as anteriores, como consequência, tem-se um maior nível de tensão de tração na primeira camada.

Tabela 1: Resultados de tensão residual predita no centro de cada camada.

Camada	1	2	3	4	5	6	7	8
Tensão residual (MPa)	508,20	377,60	239,20	92,86	-61,35	-223,40	-393,40	-571,80

A fim de estabelecer uma comparação com a tensão residual calculada, Kumar e outros<sup>(2)</sup> citam que uma cerâmica avançada composta por 80% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 20% SiC<sub>w</sub> possui limite de resistência à ruptura de 900 MPa. Então, embora exista tensão de tração na camada puramente cerâmica, o valor predito está abaixo do limite de ruptura para o material mais frágil. Desse modo, esperase obter uma amostra integra após a sinterização.

### Caracterização dos pós

A caracterização da mistura do pó cerâmico realizada no MEV é apresentada na Figura 1. A Figura 1(a) apresenta a imagem obtida por elétrons retroespalhados (BSE). Nesta observa-se os diferentes constituintes da mistura contendo pós ultrafinos ( $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), fibras ( $\beta$ -SiC<sub>w</sub>) e nanométricos (Y-ZrO<sub>2</sub>). A Figura 1(b) apresenta um mapa da  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> romboédrica, que compõe majoritariamente a cerâmica avançada. O  $\beta$ -SiC<sub>w</sub> cúbico é apresentado na Figura 1(c), na qual são evidenciadas as fibras com características cilíndricas. Na Figura 1(d) observa-se a ZrO<sub>2</sub> estabilizada com ítria dispersa na matriz de alumina, embora ainda ocorram alguns aglomerados devido ao seu tamanho de partícula nanométrico.

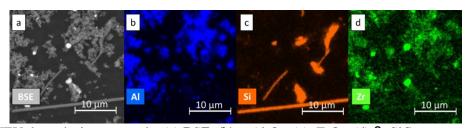


Figura 1: MEV da cerâmica avançada. (a) BSE. (b) α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. (c) ZrO<sub>2</sub>. (d) β-SiC<sub>w</sub>.

#### Sinterização por PECS

Os dados obtidos durante a operação de sinterização são apresentados na Figura 2. É possível compreender os quatro estágios clássicos da sinterização ocorrendo conforme o ciclo mecânico e térmico atuam. Em I, tem-se o estágio de adesão onde somente a pressão mecânica de 50 MPa age sobre os pós, promovendo uma pequena compactação (~1 mm) e o aumento do contato entre as partículas. No minuto seis, a aproximadamente 600°C, inicia-se o estágio II (inicial), no qual o ciclo térmico começa a acontecer com a aplicação de corrente elétrica, promovendo aquecimento. Nesse momento começam a se formar os pescoços entre as partículas, redução da área superficial e aumento da área de contato entre as partículas. No estágio III (intermediário), observa-se o rápido deslocamento do material, indicando contração e sinterização do mesmo até o patamar térmico de 1450°C. O estágio IV (final) inicia-se no patamar térmico, que dura 7 min, provavelmente ocorrendo a esferoidização dos poros e crescimento de grãos. Ele deve se estender até o final do ciclo térmico, onde se observa uma nova contração que pode induzir ao fechamento de poros <sup>(8)</sup>. Ao final, o sinterizado sofreu uma contração total de 9 mm, sendo aproximadamente 8 mm devido ao ciclo térmico de sinterização, incluindo o resfriamento.

#### Caracterização do sinterizado

A seção transversal da amostra fabricada é apresentada na Figura 3. É possível observar que não existem trincas no material, indicando que a aplicação do modelo de tensão residual foi

eficaz. No entanto, existem segregações de fase que podem ser explicadas pelos mecanismos de transporte de massa durante a sinterização e diferença entre o tamanho de partícula dos pós<sup>(8)</sup>.

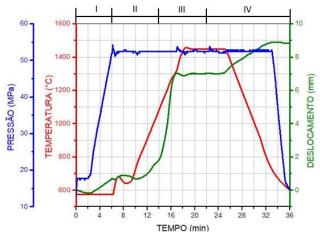


Figura 2: Sinterização por PECS do FGM. Em azul ciclo de pressão, em vermelho ciclo de temperatura e em verde deslocamento da amostra.

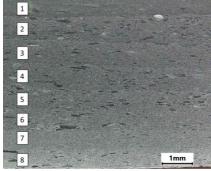


Figura 3: Micrografia do FGM evidenciando as oito camadas presentes e algumas segregações.

Os resultados de densidade são expostos na Tabela 2. O FGM fabricado apresentou uma densidade relativa de 98,61%, o que implica em uma porosidade de 1,39%. Uma vez que a aplicação é em usinagem, ao comparar a densidade relativa com os valores encontrados para ferramentas cerâmicas comerciais, que possuem porosidade inferior à 2%, é possível afirmar que a sinterização por PECS foi eficaz na fabricação desses materiais<sup>(9)</sup>.

Tabela 2: Resultados de densidade.

Densidade teórica	Densidade experimental	Densidade Relativa	Porosidade
$5,93 \text{ g/cm}^3$	$5,85\pm0,03 \text{ g/cm}^3$	98,61±0,54 %	1,39±0,54 %

#### CONCLUSÕES

A microscopia da amostra sinterizada sem trincas aponta a importância da aplicação do modelo de predição de tensão residual para fabricação de FGMs íntegros. A caracterização da cerâmica avançada por MEV apresentou as diferentes fases que compõe o pó e indicou que a mistura ocorreu dentro do previsto. A técnica PECS permitiu fabricar um FGM tão denso quanto ferramentas comerciais, tal que a sua densidade relativa foi de 98,61%.

# **AGRADECIMENTOS**

À FAPES (processo 083/2019 e 108/2021) pelo auxílio à pesquisa, CNPq e CAPES.

# REFERÊNCIAS

- 1. MACHADO, A. R.; ABRÃO, A. M.; COELHO, R. T.; DA SILVA, M. B. Teoria da usinagem dos materiais. São Paulo: Editora Edgard Blücher, 2 ed., 2015.
- 2. KUMAR, A. S.; DURAI, A. R.; SORNAKUMAR, T. Wear behaviour of alumina based ceramic cutting tools on machining steels. Tribology International, v. 39, p. 191-197, 2006.
- 3. GONG, F.; ZHAO, J.;LI, Z.; SUN, J.; NI, X.; HOU, G. Design, fabrication and mechanical properties of multidimensional graded ceramic tool materials. Ceramics International, v. 44, p. 2941-2951, 2018.
- 4. UDUPA, G.; RAO, S. S.; GANGADHARAN, K. V. Functionally Graded Composite Materials: An Overview. Procedia Materials Science, v. 5, p. 1291-1299, 2014.
- 5. ORRÙ, R.; LICHERI, R.; LOCCI, A. M.; CINCOTTI, A.; CAO, G. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering. Materials Science and Engineering, v. 63, p. 127-287, 2009.
- 6. RAVICHANDRAN, K. S. Thermal residual stresses in a functionally graded material system. Materials Science & Engineering, v. A211, p. 269-276, 1995.
- 7. ABNT NBR ISO 10545-3. Placas cerâmicas Parte 3: Determinação da absorção de água, porosidade aparente, densidade relativa aparente e densidade aparente. Rio de Janeiro, 2017.
- 8. GERMAN, R. M. Sintering theory and practice. New York: John Wiley & Sons Inc, 1996.
- 9. CARNEIRO, M. B.; FRAGA, L. G.; ULIANA, A. K.; BARBOSA, P. A. Caracterização de material em gradação funcional por meio de ensaios físico e mecânico. In: GUIMARÃES, O. S. Engenharia no Século XXI. Belo Horizonte: Poisson, 2021, p 23-34.

# DESIGN, MANUFACTURE AND PRELIMINARY CHARACTERIZATION OF AN $\alpha$ - Al2O3 - $\beta$ - SiC\_w + WC-C0 FGM

#### **ABSTRACT**

Machining is a manufacturing process that uses cutting tools that need to maintain their mechanical and chemical properties at elevated temperatures. Owing to the difficulty of grouping the properties in one engineering material, Functionally Graded Materials (FGMs) have arisen as an alternative. They have two or more phases varying in relation to each other, creating an intentional gradient of properties throughout the material. This work aims to design, manufacture, and characterize a layered FGM composed of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-SiC<sub>w</sub>, forming a gradient with WC-Co, to be applied as a cutting tool. The design is based on a predictive evaluation of residual stress, using an analytical model. The manufacture was carried out by powder metallurgy and pulsed electrical current sintering (PECS), with dwell temperature and time of 1450°C and 7 min, respectively. Optical microscopy and Archimedes' principle were used to characterize the sample. The residual stress results indicated tensile stress in the first layers. The sintering started at 700°C, with large displacement occurring. The evaluation by optical microscopy evidenced the gradient in layers and the absence of cracks of thermal origin, indicating that the residual stress model was satisfactory for the FGM design. Finally, sintering by PECS allowed the fabrication of a material with a relative density of 98,61%.

**Keywords:**  $Al_2O_3$ -SiC<sub>w</sub>, FGM, Residual Stress, PECS, Density.