

ESTUDO DA POSSIBILIDADE DE FABRICAR FERRAMENTA DE CORTE ATRAVÉS DA PRODUÇÃO DO COMPÓSITO CERÂMICO Al_2O_3 - TiO_2 COM REFORÇO DE La_2O_3

A. G de Sousa (andrea.mecanica@gmail.com)

R. A. S. Ferreira

Y. P. Yadava

Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica,
50741-530, Recife-PE, Brasil.

RESUMO

Neste trabalho, foram avaliadas as propriedades dos compósitos cerâmicos produzidos à base de Al_2O_3 reforçadas com 35% em peso de TiO_2 , e com variação de 0 a 2% de La_2O_3 , para o estudo de suas características microestruturais e das propriedades mecânicas enquanto aplicável a ferramentas de corte. Os compósitos cerâmicos foram produzidos por processo termo-mecânico. Observou-se através dos resultados de DRX após a sinterização que nenhuma nova fase foi formada, além das características dos óxidos precursores. De acordo com o resultado de análise de tamanho de partícula antes e após moagem de 24 horas, observou-se redução do diâmetro médio de partícula de 95,25%, o que se mostrou adequado para melhor sinterização dos compósitos, visto que esta diminuição aumenta a velocidade de reação da matéria prima durante a queima. Foi feito ensaio de microdureza vickers onde se observou que a amostra com 1,5% de La_2O_3 , apresentou melhores resultados de dureza.

Palavra-chave: ferramenta de corte em cerâmica, óxido de titânio e óxido de lantânio, alumina.

INTRODUÇÃO

Nas etapas de produção, grande parte de produtos manufaturados, direta ou indiretamente, usa um ou vários processos de fabricação de usinagem mecânica, destacando a importância destes processos no contexto da produção atual onde desempenham um papel fundamental na criação de riquezas (1). Nestes casos, as especificações de projeto de peças com formas, tamanhos e rugosidades nos mais variados graus de precisão, são obtidas por corte, separação ou através de movimentos relativos entre peça e uma ferramenta que é capaz de satisfazer os desejados requisitos mecânicos, térmicos e químicos envolvidos na ação para a retirada de material.

Uma operação de usinagem pode ser considerada otimizada, quando a escolha do material da ferramenta e as condições de usinagem são determinadas de modo que o custo de operação seja o mínimo, ou seja, quando se obtêm a maior produtividade para a máquina-ferramenta empregada (2).

A falta de material para ferramenta de corte que atenda a todos os tipos de requisitos, com a vida economicamente viável, torna a história do desenvolvimento de processos de fabricação de usinagem fortemente ligada ao desenvolvimento de materiais utilizados para fabricação de ferramentas de corte. A necessidade de melhorar o desempenho tecnológico de operações de usinagem, avaliadas pela vida da ferramenta, forças, potência e acabamento superficial, tem sido reconhecida como um meio para aumentar o desempenho econômico das operações de usinagem. A melhoria contínua do desempenho tecnológico de operações de usinagem foi procurada por meio de pesquisa e desenvolvimento, incluindo os novos e mais resistentes materiais usados para ferramentas, bem como, novos modelos geométricos de ferramentas. (3).

Novos materiais para ferramentas de corte seguiram a tendência de apresentarem maior dureza e menor tenacidade. A existência de uma diversidade de materiais justifica a dificuldade de reunir em um só todas as propriedades que uma ferramenta de corte ideal requer: elevada dureza, tenacidade, resistência ao desgaste, à compressão e ao cisalhamento, boa condutividade térmica, baixo coeficiente de expansão volumétrica e elevada inércia química. (4)

Não há uma classificação geral de materiais para ferramentas, mas por ordem crescente de dureza pode-se agrupar da seguinte forma: aços carbono, aços rápidos, metal duro, cerâmicas, ultraduro e diamante. A classe mais utilizada na fabricação mecânica é a do metal duro, ultrapassando os aços rápidos, que perderam sua predominância, sobretudo nos últimos anos. Os materiais de maior dureza, tais como os cerâmicos e os ultraduros, estão ganhando lugar em determinadas aplicações. Embora sejam de grande dureza, especialmente a quente, proporcionando velocidades de corte muito elevadas, as cerâmicas são frágeis, possuem baixa tenacidade à fratura e resistência ao choque mecânico e térmico (5).

O material cerâmico possui algumas propriedades que são muito interessantes para uma ferramenta de usinagem, tais como: dureza a quente e a frio, resistência ao desgaste e excelente estabilidade química (pois evita a difusão, o que é muito importante quando se usina em altas velocidades e temperaturas). Nos últimos anos, grande esforço tem sido feito no sentido de aumentar a tenacidade deste material e bons resultados tem sido obtidos.

As ferramentas de cerâmicas podem ser divididas em dois grupos, quais sejam, à base de óxido de alumínio (Al_2O_3 – alumina) e à base de nitreto de silício (Si_3N_4) (6). Cerâmicas à base de Al_2O_3 podem ser puras ou com adições, as puras são ferramentas basicamente constituídas de finos grãos de Al_2O_3 sinterizados, é comum acrescentar MgO para inibir o crescimento do grão. Outros constituintes, como óxido de cromo, titânio e níquel, são usados para aumentar a resistência mecânica. Estas possuem alto grau de dureza, resistência ao desgaste e excelente estabilidade química, mas deixam a desejar na tenacidade (5).

Alguns estudos relatam que elementos de terras raras funcionam como uma série de aditivos eficazes tendo aplicações difundidas na pesquisa atual de materiais cerâmicos avançados. Eles auxiliam a sinterização da Al_2O_3 , como resultado, as propriedades físicas e mecânicas das cerâmicas são visivelmente melhoradas (7-11).

Para conseguir aliar as propriedades específicas de uma ferramenta de corte para um determinado processo de usinagem é comum desenvolver pesquisas, as quais estudam o comportamento de alguns compósitos cerâmicos. Tais estudos devem partir de cerâmicas de alta qualidade com morfologia de partícula uniforme e homogênea, uma vez que influenciam a qualidade do produto final, no caso discutido – ferramenta de corte, cuja fabricação está atrelada a processos onerosos

que precisam ser otimizados para que se obtenha melhores desempenhos econômicos.

MATERIAIS E MÉTODOS

Pós cerâmicos utilizados

Foram utilizados três óxidos: alumina, titânio, e lantânio, de alto grau de pureza (pureza analítica, PA). Os pós foram caracterizados através de Difração de raios-X, utilizando-se um difratômetro Siemens D5000 equipado com radiação Cu-K α de comprimento de onda $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$. Após a caracterização por difração de raios-X, os pós foram pesados em balança analítica com 4 casa decimais de precisão, para formar cinco grupos de misturas cerâmicas, fixamos 35% de TiO₂: Obedecendo as proporções mostradas na Tabela 1.

Tabela 1: Porcentagem de óxidos

Composição	Amostra (A)	Amostra (B)	Amostra (C)	Amostra (D)	Amostra (E)
TiO ₂	35,0	35,0	35,0	35,0	35,0
La ₂ O ₃	0,0	0,5	1,0	1,5	2,0
Al ₂ O ₃	65,0	64,5	64,0	63,5	63,0
Total em %	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Moagem em moinho de bolas

O objetivo do processo de moagem é a diminuição do tamanho de partículas de um material sólido, considerando o aumento da superfície específica para melhorar a velocidade de reação de determinada matéria-prima. O moinho utilizado no desenvolvimento deste trabalho foi o do Laboratório de Cerâmicas Avançadas da UFPE, as bolas utilizadas foram de alumina com densidade teórica de 3,96g/cm³, utilizamos 31 bolas de alumina e cada uma das cinco misturas foi triturada e homogeneizada no moinho de bolas por 24 horas.

Análise de tamanho de partícula (ATP)

Avaliamos o efeito da moagem da amostra A (sem adição de lantânio) sobre o tamanho de partículas através da análise granulométrica das amostras antes e após 24 horas de moagem. As curvas de distribuição granulométrica foram obtidas utilizando um analisador de tamanho de partícula a laser, modelo Malvern Mastersizer 2000. As medidas foram feitas utilizando o acessório via úmido, modelo

Hidro 2000 MU, com índice de obscuridade igual a 10%. A partir das curvas de distribuição granulométrica foi obtido o parâmetro D_{50} que está relacionado à mediana da distribuição que corresponde ao diâmetro médio de partícula (D_m).

Conformação dos pós cerâmicos

A prensagem tem por finalidade conformar a peça, dando-lhe resistência mecânica suficiente para suportar o transporte até o forno, onde irá ocorrer a sinterização. As cinco amostras após passar pelo processo termomecânico da moagem por 24 horas, foram prensadas uniaxialmente em uma matriz metálica com 10 mm de diâmetro, a uma carga de 9 toneladas, utilizando uma prensa hidráulica (SCHIWING SIWA, ART6500089 modelo), por um tempo de 10 minutos para estabilização das cargas.

Tratamento térmico

Após a compactação, as pastilhas a verdes foram submetidas ao processo de sinterização na faixa de temperatura de 1300^o-1400^oC em diferentes intervalos de tempo. A sinterização foi realizada em atmosfera ambiente em cadinhos de alumina de alta pureza, com o uso de um forno tipo mufla de alta temperatura modelo Jung 0614, com taxa de elevação de temperatura constante (5^oC/min) e resfriamento até a temperatura ambiente.

Análise por Difração de Raio-X (DRX)

As pastilhas cerâmicas após serem sinterizadas, foram moídas em um almofariz de ágata e peneiradas para então serem analisadas pela difratometria de raios-x para determinação da estrutura cristalina e parâmetros de rede. As difrações foram feitas utilizando-se um difratômetro Siemens 5000 com radiação de Cu-K α e comprimento de onda $\lambda=1.5405$ Å, numa varredura de 10-80^o com tempo de exposição de 1,0 seg.

Microdureza Vickers

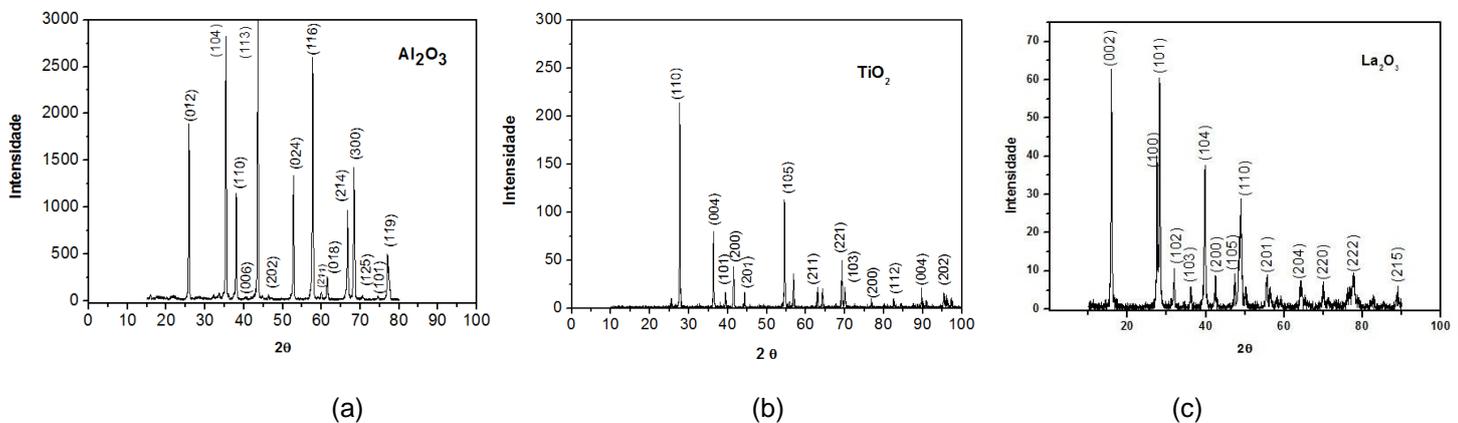
As pastilhas sinterizadas de compósitos cerâmicos foram submetidas ao Ensaio de Microdureza Vickers para analisar o comportamento mecânico, o equipamento utilizado foi o microdurômetro com penetrador modelo HVS-5 nº 0021. Para esta medição, os compósitos sinterizados foram polidos com lixas de #200,

#400, #600, #1000, #1200, #1500 sucessivamente e em seguida foi feito um polimento mecânico com pasta de diamante com granulometria de 1 micron para que apresentassem aparência brilhosa. Foram feitas 10 medições em toda pastilha.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Difração de Raio-X (DRX) antes da sinterização

Através da análise de difração de raios – X obteve-se os difratogramas apresentados na Figura 1(a), (b) e (c), onde é possível identificar os parâmetros de rede característicos para cada uma das matérias-primas utilizadas na formação do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.



(a) (b) (c)
Figura 1 - Difratograma dos pós cerâmicos (a) Al_2O_3 , (b) TiO_2 , (c) La_2O_3

A Figura 1(a) exhibe o difratograma referente à amostra de alumina utilizada, onde é possível observar as duas fases, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ e $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, respectivamente em (012), (104), (110), (113), (024) (116), (211), (300), (119) e (202), (018), (214), de acordo com outras pesquisas (12-15). Os seus picos foram indexados conforme a literatura padrão JCPDS (16).

A Figura 1(b) apresenta o difratograma referente à amostra de óxido de titânio utilizada, tendo seus picos característicos da fase rutilo (110), (101), (200) e (112), anatase (004), (105) e (211) e bruquita (004), (201), (105) e (211), indexados de acordo com a literatura (17-18, 14-15). O maior sinal de intensidade corresponde ao rutilo com $2\theta = 27,9^\circ$ correspondendo ao plano (110).

Na Figura 1(c) nota-se a presença dos picos bem definidos referentes à amostra de La_2O_3 , em aproximadamente $2\theta = 16^\circ, 27^\circ, 28^\circ, 32^\circ, 36^\circ, 39^\circ, 41^\circ, 47^\circ, 49^\circ, 55^\circ, 64^\circ, 70^\circ, 77^\circ$ e 90° de acordo com a literatura (19-25) e o JCPDS (16).

Análise do tamanho de partícula (ATP)

Na figura 2 é mostrada as curvas de distribuição granulométrica, onde a partir dessas curvas se obtêm o parâmetro D_{50} que este se relaciona com a mediana da distribuição correspondente ao diâmetro médio das partículas (D_m). Tal resultado em concordância com a literatura (26), indica que o diâmetro médio de partícula ($D_m \sim 5 \mu\text{m}$) obtido após 24 horas de moagem é adequado para sinterização das pastilhas, pois este proporcionou uma melhor coesão ao material e favoreceu a sinterização pelo aumento da superfície de contato entre as partículas da amostra.

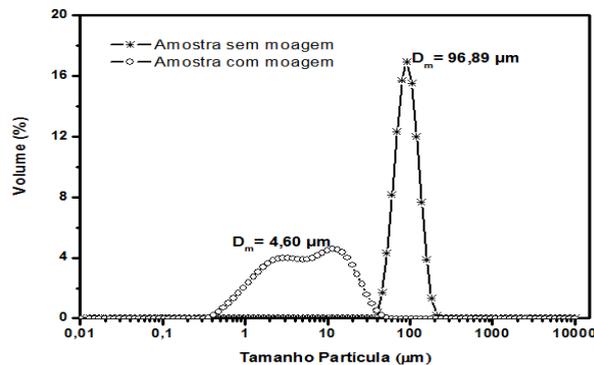
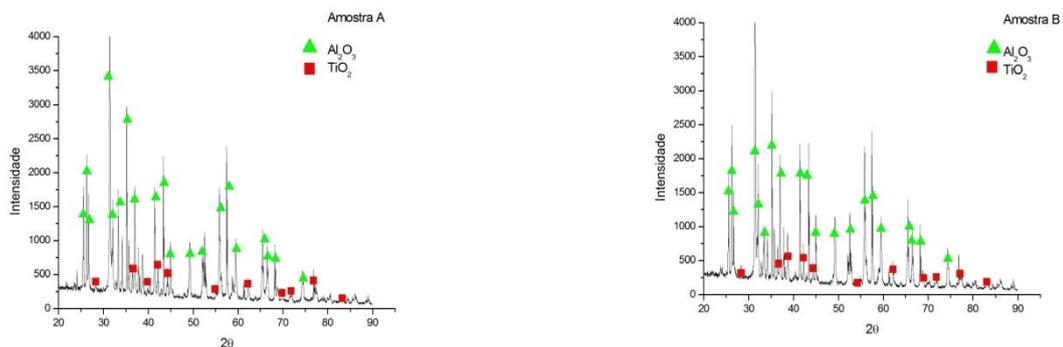


Figura 2 - Distribuição granulométrica da amostra A antes e depois de 24 horas de moagem.

Difração de Raios-X (DRX) após sinterização

Observando os difratogramas da Figura 3 (a), (b), (c), (d) e (e) referentes aos resultados da difração de raios-x dos compósitos após sinterização, 1390°C por 40 horas. Percebe-se a semelhança entre cada grupo, tendo em vista que, todos são formados da mesma matéria-prima apenas com variações nos teores de óxido de alumínio e o incremento de lantânio adicionados o que explica as diferenças na intensidade dos picos.



(a)

(b)

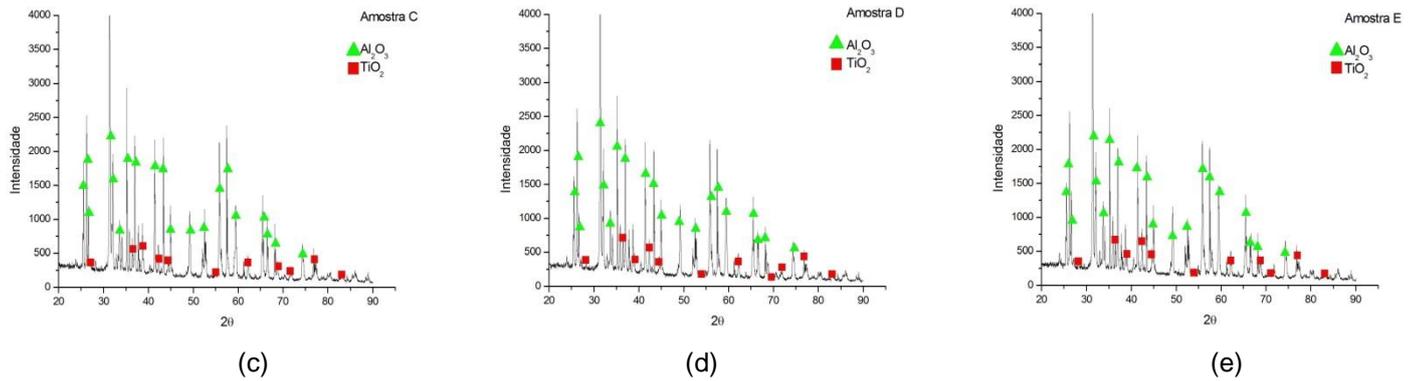


Figura 3 – Resultados de DRX das amostras sinterizadas a 1390°C por 24 horas.
(a) Amostra A com 0,0% de La_2O_3 . (b) Amostra B com 0,5% de La_2O_3 . (c) Amostra C 1,0% de La_2O_3 .
(d) Amostra D 1,5% de La_2O_3 . (e) Amostra E 2,0% de La_2O_3 .

Pelas intensidades dos picos da Al_2O_3 houve aumento da $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ com pequena redução da $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, confirmados no plano (202) no ponto aproximadamente de 46° , e nos planos (018) $\sim 64^\circ$ e (214) $\sim 66^\circ$ respectivamente.

No TiO_2 , pelas intensidades dos picos houve redução da bruquita, confirmados nos planos (004) em $36,5^\circ$ e (105) em 54° .

Devido a pouca quantidade de óxido de lantânio que foi utilizado neste trabalho, não foi possível identificar nenhum pico deste.

Microdureza Vickers

Os testes de microdureza vickers foram feitos nas cinco amostras e em cada uma das três rotas de sinterização que utilizamos na realização desse trabalho, tais:

Rota 1: 1300°C por 24 horas

Rota 2: 1390°C por 24 horas

Rota 3: 1390°C por 40 horas.

Foram realizadas 15 identificações em toda a superfície da pastilha, e descartadas as 5 mais discrepantes, e das 10 finais foi feita uma média simples para obter por fim a dureza média dos cinco compostos cerâmicos.

Os melhores resultados obtidos de dureza foram da amostra D, com 1,5% de La_2O_3 , com dureza média de 175,68HV, usando a rota 3 de sinterização, mas mesmo assim a dureza obtida foi insuficiente para utilização da pastilha como ferramenta de corte. Os baixos valores de dureza se devem ao fato de que não conseguimos sinterizar as amostras em temperaturas acima de 1400°C, devido à limitação do nosso equipamento.

Observou-se que em todas as rotas de sinterização da amostra com 2,0% de La_2O_3 houve uma queda na dureza quando comparada com a amostra de 1,5% e La_2O_3 , isso mostra que a quantidade máxima de reforço de La_2O_3 que é útil é de até 1,5%, pois acima desse valor claramente se vê uma diminuição nas propriedades mecânicas dos compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$.

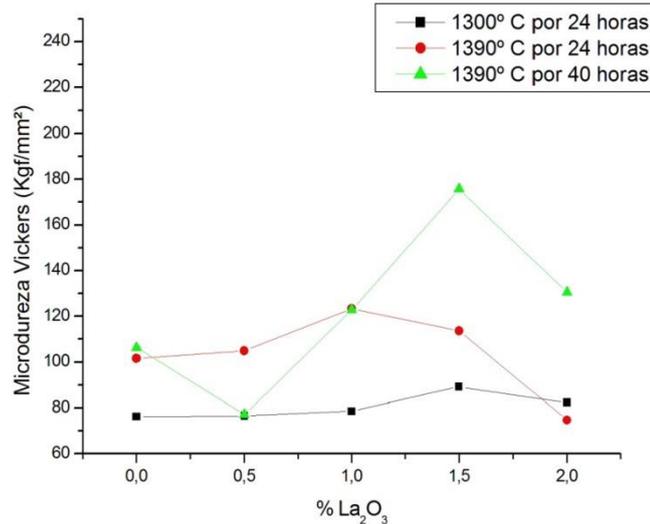


Figura 4 – Comparação dos resultados de microdureza vickers nas três diferentes rotas de sinterização.

Observa-se na Figura 4 que o aumento da quantidade de óxido de lantânio no compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ é conveniente até 1,5%; acima desse valor ao invés de melhorar na propriedade mecânica, microdureza vickers, prejudica-a, perdendo cerca de 25% de dureza. Em contrapartida, comparando as amostras C e D, percebe-se que com o aumento de 0,5% de La_2O_3 , nota-se um aumento de 30,12% na dureza, obtendo o melhor resultado de todas as rotas de sinterização e amostras.

CONCLUSÕES

Observou-se através dos resultados da análise de difração de raios-x após a sinterização que nenhuma nova fase foi formada, além das características dos óxidos precursores, indicando a formação do compósito. Porém houve variação na concentração delas.

De acordo com o resultado da análise de tamanho de partícula antes e após moagem de 24 horas, observou-se redução do diâmetro médio de partícula de 95,25%, o que se mostrou adequado para melhor sinterização dos compósitos, visto

que esta diminuição aumenta a velocidade de reação da matéria prima durante a sinterização.

De acordo com os resultados obtidos pelo ensaio de microdureza vickers observou-se que a amostra com 1,5% de La₂O₃ apresentou melhores resultados de dureza, porém ainda insuficiente para sua utilização como ferramenta de corte.

AGRADECIMENTOS

Ao CNPq pelo financiamento e apoio às pesquisas desenvolvidas e a PROPEsq pelo apoio aos eventos científicos.

REFERÊNCIAS

- (1) HUANG, C.Z.; WANG, J.; AI, X. Development of new ceramic cutting tools with alumina coated carbide powders. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**, UK, v. 40, n. 6, p. 823–832, 2000.
- (2) FERRARESI, D. **Fundamentos da Usinagem dos Metais**. São Paulo: Ed. Edgard, 1977. p. 286, 330, 348.
- (3) HUANG, C.Z. *et al.* A study on the development of a composite ceramic tool ZrO₂/(W, Ti)C and its cutting performance. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 129, n. 1-3, p. 349-353, 2002.
- (4) SANTOS, S. C. **Aspecto Tribológicos da Usinagem dos Materiais**. São Paulo: Ed. Artliber, 2007. p. 100-101, 109.
- (5) DAVIM, J. P. **Princípios da Maquinagem**. Portugal: Ed. Técnicas Publindústria, 2008. p. 119.
- (6) DINIZ, A. E.; MARCONDES, F. C.; COPPINI, N. L. **Tecnologia da Usinagem dos Materiais**. São Paulo: Ed. Mm, 1999. p. 79, 93-94.
- (7) XU, C.; HUANG, C.; AI, X. Toughening and strengthening of advanced ceramics with rare earth additives. **Ceramics International**, v. 32, n.6, p. 423-429, 2006.
- (8) _____. Applications of rare earth elements in nitride ceramic materials. **Mater**, v. 11, n. 5, p. 46-50, 1997.
- (9) XU, C.; AI, X. Applications of rare earth elements in oxide, carbide and boride ceramic materials. **Bull Chinese Ceram Soc**, v. 17, n. 3, p. 64-68, 1998.
- (10) CHAE, K.W.; KIM, D. Y. Effect of Y₂O₃ addition on the densification of an Al₂O₃-TiC composite. **J. Am. Ceram. Soc.**, v. 76, n. 7, p. 1857-1862, 1993.

- (11) XU, C.; HUANG, C.; AI, X. Mechanical property and cutting performance of yttrium reinforced Al₂O₃/Ti(C,N) composite ceramic tool material. **J. Mater. Eng. Perform.**, v.10, n. 1, p. 102-107, 2001.
- (12) MORAES, F. A. et al. Pigmento inorgânico nanoestruturado a base de Al₂O₃ dopado com cromo. Paraná. **XX Congresso de Iniciação Científica. III Mostra Científica**, Universidade Estadual de Ponta Grossa, 2011.
- (13) SANTOS, R. K. S.; BATISTA, M. S.; ASSAF, E. M. Efeito do teor metálico em catalisadores Co/Al₂O₃ aplicados à reação de reforma a vapor de etanol. **Quim. Nova**, v. 28, n. 4, p. 587-590, 2005.
- (14) WANG, Y. et al. Laser surface remelting of plasma sprayed nanostructured Al₂O₃-13wt%TiO₂ coatings on titanium alloy. **Applied Surface Science**, v. 255, p. 8603-8610, 2009.
- (15) _____. Laser remelting of plasma sprayed nanostructured Al₂O₃-TiO₂ coatings at different laser power. **Surface & Coatings Technology**, v. 204, p. 3559-3566, 2010.
- (16) JCPDS - Joint Commite on Powder Diffraction Starndard, International Center of Diffraction Data.
- (17) CALLISTER, W. D. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 7ed. São Paulo: LTC, 2002. p. 6-7, 21, 303, 321, 334-338, 342, 349-350, 423, 425, 443.
- (18) LI, X.S. Ceramic cutting tools: an introduction. **Key Eng. Mater**, v. 96, p. 1-18, 1994.
- (19) THYSSEN, V. V. **Catalisadores de Ni suportado em La₂O₃ e SiO₂ aplicados na reação de reforma a vapor de glicerol**. [Dissertação] São Carlos: Universidade de São Paulo, Instituto de Química de São Carlos, 2012.
- (20) NIASARI, M. S., HOSSEINZADEH, G., DAVAR, F. Synthesis of lanthanum hydroxide and lanthanum oxide nanoparticles by sonochemical method. **Journal of Alloys and Compounds**, v.509, p. 4098-4103, 2011.
- (21) MURUGAN, A. *et al.* Eu³⁺ doped lanthanum oxide nanowhiskers: microwave hydrothermal synthesis, characterization and photoluminescence properties. **Journal of Physics D: Applied Physics**. v.39, p. 3974-3977, 2006.
- (22) NIEMINEN, M.; PUTKONEN M.; NIINISTO, L. Formation and stability of lanthanum oxide thin films deposite from β-diketonate precursor. **Applied Surface Science**. v. 174, p. 155-165, 2001.
- (23) MÉNDEZ, M *et al.* **Inorganic Chemistry**. v. 51, p. 6139-6146, 2012.

(24) TSOUTSOU, D *et al.* Infrared spectroscopy and x-ray diffraction studies on the crystallographic evolution of La₂O₃ films upon annealing. **Microelectronic Engineering**. v. 85, p. 2411-2413, 2008.

(25) HE, J. *et al.* **Sensors and Actuators B**. v. 182, p. 170-175, 2013.

(26) RÊGO, S. A. B. C. **Desenvolvimento e produção de cerâmica Al₂O₃-TiO₂ reforçada com óxido de terras raras céria e lantânia para revestimento inerte de peças metálicas da indústria petrolífera**. [Tese] Recife: Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Engenharia Mecânica, 2012.

**STUDY OF THE POSSIBILITY OF PRODUCING TOOLS CUTTING THROUGH
THE PRODUCTION OF CERAMIC COMPOSITE Al₂O₃-TiO₂ WITH REINFORCING
La₂O₃**

ABSTRACT

In this study, we evaluated the properties of ceramic composites produced based on Al₂O₃ reinforced with 35 wt% TiO₂, and variation 0-2% La₂O₃, to study their microstructural characteristics and mechanical properties as applicable tools cutting. The ceramic composites were produced by thermo-mechanical process. It was observed from the results of XRD after sintering no new phase is formed in addition to the characteristics of the oxide precursor. According to the result of particle size analysis before and after grinding 24 hours, there was a reduction in the average particle diameter of 95,25%, which proved to be best suited for sintering the composite, as this increases decrease the reaction rate of the raw material during firing. Vickers hardness test where we observed that the sample with 1,5% La₂O₃ showed better hardness results was done.

Key-words: *ceramic cutting tool, titanium oxide and lanthanum oxide, alumina*