

UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
ESCOLA DE ENGENHARIA DE SÃO CARLOS

MATEUS MOTA MORAIS

Estudo do gradiente de densidade em esferas cerâmicas prensadas
isostaticamente: comparação entre simulação em elementos finitos e amostras
físicas

São Carlos
2017

MATEUS MOTA MORAIS

Estudo do gradiente de densidade em esferas cerâmicas prensadas
isostaticamente: comparação entre simulação em elementos finitos e amostras
físicas

Monografia apresentada ao Curso de
Engenharia Mecânica, da Escola de
Engenharia de São Carlos da Universidade de
São Paulo, como parte dos requisitos para
obtenção do título de Engenheiro Mecânico.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Alberto Fortulan

VERSÃO CORRIGIDA

São Carlos

2017

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

M827e `Morais, Mateus Mota`
 `Estudo do gradiente de densidade em esferas`
 `cerâmicas prensadas isostaticamente: comparação entre`
 `simulação em elementos finitos e amostras físicas /`
 `Mateus Mota Moraes; orientador Carlos Alberto Fortulan.`
 `São Carlos, 2017.`

`Monografia (Graduação em Engenharia Mecânica) --`
 `Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de`
 `São Paulo, 2017.`

`1. Esferas cerâmicas. 2. Elementos finitos. 3.`
 `Desificação. 4. Prensagem isostática. I. Título.`

FOLHA DE AVALIAÇÃO

Candidato: Mateus Mota Morais

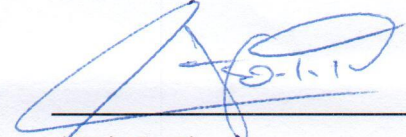
Título: Estudo do gradiente de densidade em esferas cerâmicas prensadas isostaticamente: comparação entre simulação em elementos finitos e amostras físicas

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à
Escola de Engenharia de São Carlos da
Universidade de São Paulo
Curso de Engenharia Mecânica.

BANCA EXAMINADORA

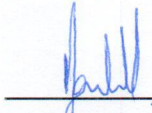
Professor Associado Carlos Alberto Fortulan
(Orientador)

Nota atribuída: 10,0 (Dez)


(assinatura)

Professor Associado Jonas de Carvalho

Nota atribuída: 10,0 (DEZ.)


(assinatura)

Professor Doutor Rodrigo Bresciani Canto

Nota atribuída: 10,0 (DEZ)


(assinatura)

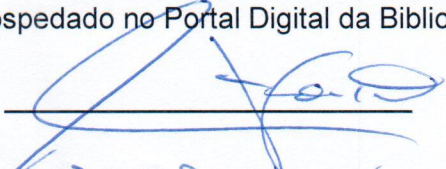
Média: 10,0 (Dez)

Resultado: Aprovado

Data: 07/12/2017

Este trabalho tem condições de ser hospedado no Portal Digital da Biblioteca da EESC

SIM ☒ NÃO ☐ Visto do orientador


Solicito a análise sendo recomendado
a banca examinadora.

*Aos meus avós, Conceição, Oscild e
Terezinha. Pelo exemplo de fé, amor
e dedicação de vocês. E também
pelos pães de queijo e outras
comidinhas!*

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus Pai e a seu filho Jesus Cristo, o Senhor de todas as coisas. Agradeço pela vida eterna que recebi, pelo perdão dos meus pecados, pelo sustento e conforto nos momentos difíceis, por todo cuidado e provisão que recebi desde antes e durante o período da faculdade, e pela certeza de que meu futuro está seguro em boas mãos. A Deus, e somente a Ele, seja toda glória!

Agradeço aos meus pais Baltazar e Myrna e também a minha querida irmã Michelle, por terem sido meus companheiros diários. Jamais poderia chegar aqui sem vocês. São vocês que me aguentam diariamente, me encorajam quando desanimado e puxam meu freio quando estou querendo passar a carroça na frente dos bois. Amo muito vocês.

Agradeço ao professor Carlos Fortulan, pela amizade e todo o apoio. Realmente você fez muito mais do que simplesmente cumprir as obrigações um orientador. Muito obrigado por tudo. Que Deus abençoe você e sua família.

Agradeço a todos os colegas do Laboratório de Tribologia e Compósitos, em especial ao técnico Penazzi por toda a disposição em ajudar, tirar dúvidas e preparar equipamentos.

Agradeço aos professores Reginaldo Coelho e Ricardo Carrazedo pelo apoio quanto ao uso do software ABAQUS®.

Agradeço a Pró-reitoria de pesquisa da USP, pela organização do Simpósio Internacional de Iniciação Científica da USP (SIICUSP) do qual tive o privilégio de participar e por ter sido selecionado para apresentar os resultados desse trabalho na Zweite Konferenz für studentische Forschung, sediada na Humboldt-Universität zu Berlin.

Agradeço à Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) pela bolsa de iniciação científica (processo 2015/09150-0) que resultou nesse trabalho.

Agradeço aos meus irmãos em Cristo da Igreja Presbiteriana Filadélfia e da Aliança Bíblia Universitária por terem sido um presente de Deus para minha vida. Antes de me mudar para São Carlos, orei a Deus por uma boa igreja e um grupo de amigos crentes na faculdade e recebi muito mais do que poderia imaginar. Pude crescer muito com vocês. Vocês foram e são motivo de grande alegria para mim.

Agradeço também aos colegas do curso, tanto da turma 012 como 013, que fizeram o curso ser muito mais alegre e fácil de ser vencido.

Soli Deo Gloria

“Por que Deus amou ao mundo de tal maneira que deu o seu Filho unigênito, para que todo o que nele crê não pereça, mas tenha a vida eterna.”

(BÍBLIA, João 3, 16).

RESUMO

MORAIS, M. M. **Estudo do gradiente de densidade em esferas cerâmicas prensadas isostaticamente**: comparação entre simulação em elementos finitos e amostras físicas. 2017. 70 f. Monografia (Trabalho de Conclusão de Curso) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2017.

O processo mais aplicado para a obtenção de esferas cerâmicas é o de prensagem isostática seguida de usinagem à verde. Embora reconhecido como o método de maior desempenho quanto à densificação e uniformidade, se busca continuamente o controle e segurança da densificação, pois possíveis anormalidades devido a rigidez do molde e ao atrito entre as partículas pode favorecer o início de um processo de falha e, em aplicações de alto desempenho, a atenção aos detalhes é decisiva. Este trabalho objetiva o estudo da densificação na prensagem isostática de esferas cerâmicas em verde através da modelagem em elementos finitos e confrontada com a conformação física por medição experimental, visando avaliar e compreender o processamento quanto a homogeneização. A simulação da conformação da esfera foi realizada no software ABAQUS utilizando o modelo constitutivo Drucker-Prager/cap para o pó cerâmico e o modelo hiperelástico van der Waals para o molde de borracha de silicone utilizando parâmetros obtidos em ensaios. Esferas físicas similares foram conformadas em molde com cavidade de diâmetro 60 mm por prensagem isostática de pó de zircônia (parcialmente estabilizada com 3 mol % de Ytria), sem a adição de auxiliadores de processos (ligante, lubrificante, plastificante e outros) na busca de uma condição experimental limite. A esfera verde foi segmentada em blocos de 5 mm de arestas que tiveram suas densidades medidas pelo princípio de Arquimedes. A modelagem por elementos finitos apresentou ótima aproximação com os ensaios experimentais onde se obteve um gradiente de densidade máximo de $0,05 \text{ g/cm}^3$. A amostra física apresentou dimensão linear média apenas 4,2% menor que o obtido na simulação. A densificação de esferas cerâmicas prensadas isostaticamente se mostrou de grande homogeneidade, confirmada pela simulação e pelas medições experimentais. A máxima não uniformidade foi encontrada na região superficial, devido ao contato entre partículas e elastômero, destacando a importância da lubrificação dos pós e paredes do molde e da usinagem à verde que remove esta região, fonte potencial para início do processo de falha, antes da sinterização.

Palavras-chave: Esferas cerâmicas. Elementos finitos. Densificação. Prensagem isostática.

ABSTRACT

MORAIS, M. M. **Study of density gradient in isostatically pressed ceramic balls:** comparison between finite element simulation and physical samples. 2017. 70 p. Monograph (Undergraduation final thesis) – São Carlos School of Engineering, University of São Paulo, São Carlos, 2017.

The most used method for obtaining ceramic balls is isostatic pressing followed by green machining. Although recognized as the highest performance method for densification and uniformity, the control and safety of densification is continuously sought, since possible abnormalities due to mold stiffness and friction between the particles can favor the beginning of a failure process and, in high-performance applications, attention to detail is decisive. This work aims to study the densification in the isostatic pressing of green ceramic balls by finite elements modeling confronted with the physical conformation through experimental measurement to evaluate and understand the process homogenization. The simulation of the ball conformation was performed in the ABAQUS software using the Drucker-Prager/cap constitutive model for ceramic powder and van der Waals hyperelastic model for the silicone rubber mold using parameters obtained in mechanical tests. Similar physical spheres of partially stabilized zirconia powder with 3 mol % of Ytria were formed by isostatic pressing in a 60 mm inner diameter mold without the addition of process assistants (binder, lubricant, plasticizer and others) in the search for an experimental limit condition. The green ball was segmented into blocks of 5 mm edges that have had their densities measured by Archimedes' principle. The finite element modeling showed great approximation with the experimental tests in which a maximum density gradient of 0.05 g / cm^3 was obtained. Physical sample presented a mean linear dimension only 4.2 % lower than that obtained in the simulation. The densification of ceramic balls pressed isostatically showed great homogeneity, confirmed by simulation and the experimental measurements. The maximum non-uniformity was found in the surface region due to contact between particles and elastomer, highlighting the importance of lubrication of powders and walls of the mold and the importance of the green machining to remove this region, potential source for the beginning of a failure processes, before sintering.

Keywords: Ceramic balls. Finite elements. Densification. Isotatic pressing.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estágio inicial de sinterização, mostrando rearranjo das partículas e formação de pescoços	29
Figura 2 – Curvas típicas mostrando o efeito do tempo e da temperatura na sinterização	30
Figura 3 – Comportamento de densificação de compactado de alumina em função da temperatura e tempo durante ciclo com taxa de aquecimento constante	30
Figura 4 – Gráfico de Drucker Prager com reta de compactação experimental.....	34
Figura 5 – Desenho da matriz elastomérica	37
Figura 6 – Desenho tampa elastomérica	38
Figura 7 – Desenho do conjunto para prensagem das esferas cerâmicas.....	38
Figura 8 – Impressão da gaiola de suporte.....	39
Figura 9 – Molde da tampa	39
Figura 10 – Molde da matriz	39
Figura 11 – Peças completas e montagem do conjunto	40
Figura 12 – Conformação uniaxial das pastilhas.....	41
Figura 13 – Aparato utilizado para obtenção de peso imerso.	42
Figura 14 – Molde sendo introduzido na prensa isostática	44
Figura 15 – Fatiamento da esfera.....	45
Figura 16 – Segmentação da esfera	45
Figura 17 – Possíveis ensaios para obtenção da superfície e cisalhamento.....	47
Figura 18 - Ensaio de compressão uniaxial.....	47
Figura 19 – Ensaio de compressão diametral.....	48
Figura 20 - Cilindro e pistão utilizados no ensaio de compressão confinada	49
Figura 21 - Curva de compressão e descompressão confinada	50
Figura 22 - Ensaio de tração uniaxial	52
Figura 23 - Dimensões do corpo de prova	53
Figura 24 - Ensaio de compressão uniaxial.....	53
Figura 25 - Ensaio de atrito do par tribológico zircônia/silicone	54
Figura 26 – Seção transversal do molde mostrando a malha de utilizada na simulação em elementos finitos.....	55
Figura 27 - Detalhe da malha evidenciando elementos triangulares na superfície da esfera...	56
Figura 28 – Retração x Temperatura de queima.....	57
Figura 29 - Defeito superficial na esfera.....	59

Figura 30 – Mapa de densidade dos segmentos da seção central da esfera (unidades em g/cm^3).	59
Figura 31 - Ensaio uniaxial: Tensão x Deformação	61
Figura 32 - Ensaio de compressão volumétrica: Tensão x Compressão	62
Figura 33 - Medição do coeficiente de atrito.....	63
Figura 34 - Resultado da simulação em elementos finitos.....	64
Figura 35 – Seção da borda vista no MEV.....	66
Figura 36 – Seção 0,5 mm da borda vista no MEV	66
Figura 37 – Seção do centro vista no MEV.....	66

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Dimensões dos corpos de prova do ensaio de compressão diametral.	48
Tabela 2-Retração, porosidade e temperatura de queima	57
Tabela 3- Medição das esferas prensadas antes e após a pré queima	58
Tabela 4 – Resultados dos ensaios de compressão uniaxial e diametral	60
Tabela 5- Parâmetros do pó cerâmico utilizados na simulação.....	61
Tabela 6 - Parâmetros do elastômero utilizados na simulação.....	62

LISTA DE SÍMBOLOS

q	Tensão equivalente de von Mises
p	Tensão normal média
$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$	Tensões principais
F_s	Superfície de cisalhamento (<i>shear</i>) de Drucker-Prager
β	Ângulo de atrito interno do material
d	Coesão do material cerâmico
F_c	Superfície cap
R	Parâmetro de excentricidade da superfície cap
α	Parâmetro de suavidade de transição entre a superfície de cisalhamento e cap
F_t	Superfície de transição
p_a	Parâmetro de evolução da superfície cap
p_b	Tensão de compressão hidrostática
ε_{vol}^{pl}	Deformação plástica volumétrica inelástica
U	Energia potencial de deformação do modelo de van der Waals
G	Módulo de cisalhamento
λ_m	Resistência de travamento
a	Parâmetro de interação global
B	Parâmetro de combinação dos invariantes de deformações desviadoras
J	Razão do volume final em relação ao inicial
D	Parâmetro que governa a compressibilidade
K	Módulo volumétrico do material
$\bar{I}_1$	Primeiro invariante de deformação desviadora
$\bar{I}_2$	Segundo invariante de deformação desviadora
$\bar{\lambda}_i$	Elongações desviadoras
λ_i	Elongações principais
V_t	Volume total da peça
V_{pa}	Volume dos poros abertos
V_i	Volume impermeável
P_u	Peso úmido
P_s	Peso seco
P_i	Peso imerso

$P_{aparente}$	Porosidade aparente (aberta)
P_{total}	Porosidade total
d_{ip}	Densidade aparente do volume impermeável
d_t	Densidade aparente do volume total
d_m	Densidade do material totalmente densificado
d_{liq}	Densidade do líquido utilizado na medição
$\varepsilon_{vol}^{pl} _0$	Deformação plástica volumétrica inicial
E	Módulo elástico
ν	Coefficiente de Poisson
σ_c^f	Tensão de ruptura do ensaio de compressão uniaxial
σ_d^f	Tensão de ruptura do ensaio de compressão diametral
F	Força máxima
D_p	Diâmetro da pastilha
t	Espessura da pastilha
σ_r	Tensão radial
σ_z	Tensão axial
k_0	Razão entre tensão radial e axial
M	<i>Constrained modulus</i>

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	23
1.1 Objetivos.....	25
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	27
2.1 Processamento de cerâmicas	27
2.1.1 Prensagem isostática	28
2.1.2 Pré-queima e sinterização	28
2.2 Elementos Finitos.....	30
2.2.1 Modelo constitutivo do pó cerâmico.....	32
2.2.2 Modelo constitutivo do elastômero	35
3 MATERIAS E MÉTODOS	37
3.1 Fabricação do molde elastomérico.....	37
3.2 Estudo da temperatura de queima	40
3.3 Esferas cerâmicas.....	44
3.3.1 Prensagem isostática	44
3.3.2 Corte e medição do perfil de densidade	45
3.4 Ensaios para obtenção dos parâmetros da modelagem	46
3.4.1 Parâmetros do pó cerâmico.....	46
3.4.2 Parâmetros da borracha de silicone.....	52
3.4.3 Coeficiente de atrito	54
3.5 Simulação em elementos finitos	54
3.6 Microscopia	56
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	57
4.1 Estudo da temperatura de queima	57
4.2 Esferas cerâmicas.....	58
4.3 Medição do perfil de densidade	59
4.4 Parâmetros da modelagem.....	60
4.4.1 Calibração do modelo do pó cerâmico.....	60
4.4.2 Calibração do modelo da borracha de silicone	61
4.4.3 Calibração do coeficiente de atrito.....	63
4.5 Resultados da simulação em elementos finitos	63
4.6 Imagens obtidas por microscopia.....	65

5 CONCLUSÕES	67
REFERÊNCIAS.....	69

1 INTRODUÇÃO

As cerâmicas avançadas estão presentes em diversas áreas e em aplicações tecnológicas onde a elevada rigidez, resistência à altas temperaturas, alta dureza, alta resistência ao desgaste e à ambientes corrosivos e bioinércia determinam suas aplicações. (RICHERSON, 2006).

Devido à essas propriedades, as cerâmicas são candidatas a substituir os metais em muitas aplicações. Um exemplo é o caso das esferas cerâmicas. Elas são utilizadas em aplicações como moinhos de bolas, rolamentos de esferas, apalpadores em aparelhos de medição e hiperesferas em implantes de quadril. Em rolamentos híbridos de alta precisão, as esferas cerâmicas exibem vantagens em condições críticas de alta velocidade, alta carga, alta temperatura e meio hostil (KANG; HADFIELD, 2001). As tolerâncias estreitas de circularidade e acabamento superficial não apenas diminuem o atrito, como resultam em uma operação que permite velocidades até 80% maiores que as alcançadas em rolamentos com esferas metálicas, pois impõem menor vibração. Já a baixa densidade das cerâmicas diminui o consumo de energia em 15 a 20% do consumo alcançado com os rolamentos com esferas metálicas. A predominância de esforços compressivos nos elementos rolantes aproveita o máximo das propriedades mecânicas da cerâmica (RICHERSON, 2006).

Outra aplicação de destaque das esferas cerâmicas é a prótese de quadril, em que a esfera faz o papel da cabeça do fêmur. A esfera forma um par tribológico com o acetábulo e garante a mimetização da articulação. As próteses mais comuns utilizam tanto a esfera quanto haste e o encaixe no acetábulo em aço inoxidável, ou com o encaixe em polietileno. Segundo DallaCosta (2011), grande parte das falhas dos implantes estão associadas ao desgaste do par tribológico metálico, sendo as partículas liberadas pelo desgaste responsáveis por reações biológicas indesejáveis. Em contraste, segundo Souza (2011, p.37),

“[...] baixo atrito, alta resistência ao desgaste e boa biocompatibilidade fazem das próteses de cerâmica boas opções no longo prazo, principalmente para pacientes jovens e ativos, porque elas apresentam durabilidade maior e menor osteólise quando comparada à prótese metal-polietileno em intervalos maiores que 10 anos de utilização”.

O processamento das cerâmicas tem influência decisiva em sua estrutura e propriedades. Durante a conformação do pó cerâmico, o atrito entre as partículas e as paredes do molde pode resultar em uma compactação não homogênea, gerando gradientes de densidade na peça à verde, isto é, não sinterizada. O gradiente de densidades afeta diretamente a sinterização. Regiões menos densas e com mais vazios ou umidade, tendem a ter uma maior contração volumétrica que regiões mais densas. Este processo de contração desigual da peça gera tensões

internas no material e empenamentos, assim como pode gerar trincas, pois gradientes de densidade acima de 1%/mm poderão gerar trincas durante a sinterização (BUKVIC et al., 2012).

Os materiais cerâmicos são especialmente frágeis e, portanto, muito vulneráveis a trincas por menores que sejam, pois, a concentração de tensão na ponta trinca reduz significativamente sua resistência mecânica. O início do processo de falha pode ocorrer devido às tensões internas e trincas decorrentes da sinterização de peças com densidades não homogêneas. Para evitar tais falhas, é necessário otimizar os processos de prensagem visando obter a máxima homogeneidade da densidade do compacto cerâmico. A modelagem e simulação da prensagem utilizando ferramentas computacionais permitiria a previsão do gradiente de densidades, reduzindo gastos e tempo com protótipos físicos e otimizando projetos de moldes para compactação cerâmica de forma a obter produtos com melhores propriedades mecânicas. Segundo Richerson (2006), dentre os processos de conformação, a prensagem isostática se destaca por obter um gradiente de densidade mais homogêneo que a prensagem uniaxial e obter, após a sinterização, uma densidade mais próxima da densidade teórica da cerâmica processada.

O desenvolvimento e estudo de esferas cerâmicas visando implantes tem sido uma das linhas de pesquisa do Laboratório de Tribologia e Compósitos (LTC). Wrege (2001) trabalhou no projeto e manufatura de um protótipo para a fabricação de esferas de quadril, sendo que uma esfera chegou a ser implantada em ser humano. O protótipo é capaz de usinar uma esfera em todas suas etapas, ou seja: desde a forma à verde até o acabamento por lapidação e polimento após a sinterização. Utilizando esse protótipo somente uma única esfera de cada vez podia ser fabricada, o que torna a produção excessivamente lenta, uma semana por esfera. Canto (2002) propôs uma metodologia para otimização do molde para prensagem isostática das esferas cerâmicas. A otimização utiliza-se de software de elementos finitos para minimizar o sobrematerial da usinagem à verde da cerâmica, reduzindo perda de material e tempo de usinagem. Como sugestão de pesquisas futuras, ele propôs um estudo da relação quantitativa entre níveis de deformações obtidos no software de elementos finitos e o gradiente de densidades, assim como utilizar essa análise para otimizar o projeto de molde com relação a homogeneidade desse gradiente.

Na busca da redução do gradiente de densidade na peça ainda à verde, Bukvic et al. (2012) desenvolveram um estudo sobre usinagem à verde de cerâmicas baseado na remoção da camada superficial, que contém maior gradiente de densidade, visando a correção planejada das distorções devido a não uniformidade da densificação. Como resultado, eles obtiveram peças com melhores propriedades mecânicas, melhor acabamento superficial e menores distorções, o

que reduziu a necessidade de usinagem após a sinterização, notoriamente mais cara e muito mais agressiva e que reduz as propriedades mecânicas da peça final.

Visando a continuidade da pesquisa nesta área de implantes cerâmicos, Pedroso (2015) desenvolveu um protótipo capaz de realizar a usinagem simultânea em verde de várias esferas cerâmicas.

1.1 Objetivos

Dando continuidade aos trabalhos já desenvolvidos no laboratório, o presente trabalho realizou a modelagem do processo de conformação isostática de esferas em software de elementos finitos confrontada pela caracterização de protótipos físicos prensados em zircônia parcialmente estabilizada na fase tetragonal com 3% de Ytria. A previsão do gradiente de densidade auxilia, não somente na otimização do projeto de um molde, como também no entendimento dos processos de falhas de produtos em serviço.

Como objetivos desse trabalho, buscou-se avaliar a qualidade do processamento de esferas cerâmicas pelo método de prensagem isostática e levantar formas de otimizar o processo através da definição mais precisa do sobrematerial a ser usinado à verde e do uso de lubrificantes, visando a redução do gradiente de densidade da peça não sinterizada.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O desempenho de um produto cerâmico é fortemente dependente do processamento e manufatura aplicada, e seu entendimento é fundamental para atendimento dos requisitos de projeto. A modelagem computacional também é dependente das características da matéria prima utilizada que devem ser descritas usando modelos constitutivos adequados. Neste sentido foi estudada a importância de variantes do processo de manufatura e o interfaceamento com o software de simulação.

2.1 Processamento de cerâmicas

O processamento cerâmico típico de esferas envolve: preparação do pó; conformação; sinterização e usinagem. A produção de uma peça cerâmica se inicia na preparação do pó cerâmico onde a pureza e a distribuição no tamanho das partículas têm grande influência nas fases posteriores do processamento. Em muitos processos são adicionados aditivos (defloculantes, ligantes, plastificantes, lubrificantes...) que auxiliam o processamento e, conseqüentemente, as propriedades finais. A quantidade de água/umidade também tem fator decisivo na preparação da matéria prima cerâmica. A matéria prima é então misturada em um moinho que quebra os aglomerados e proporciona a mistura entre os pós e os aditivos. Em seguida, o material é seco em *spray dryer*, onde são obtidos grânulos esféricos que exibem fluidez e estabilidade dimensional para manuseio durante a conformação. Para a conformação utiliza-se algum dentre os vários processos de conformação (prensagem uniaxial, prensagem isostática, *slip casting*, *tape casting*, injeção, extrusão...). Em seguida, a peça é sinterizada em altas temperaturas, processo no qual ocorre a densificação e eliminação de poros e água, através da coalescência dos contornos das partículas cerâmicas. A peça ainda pode receber processos de lapidação e polimento pós-sinterização (RICHERSON, 2006).

Eventualmente após a conformação, a peça bruta é usinada ainda à verde ou após uma pré-queima, visando a busca de forma e tolerância dimensional mais próxima da desejada, antes da sinterização. A usinagem à verde, ou após pré-queima são de baixo consumo energético e com altas taxas de remoção, portanto economicamente atrativas (BUKVIC et al. 2012).

2.1.1 Prensagem isostática

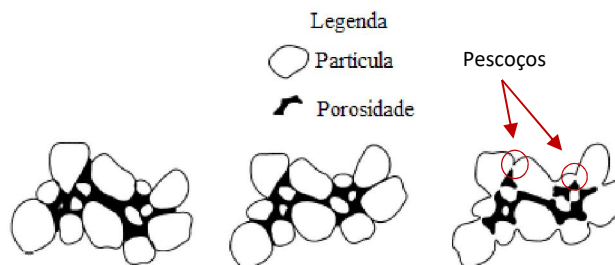
A prensagem cerâmica consiste em conformar o pó cerâmico através da aplicação de pressão. Na prensagem uniaxial, a mais utilizada em conformações cerâmicas, a pressão é exercida por um pistão. Esse tipo de prensagem é utilizado para peças de geometria mais simples, regulares e com razão da altura pelo diâmetro menor que 1, pois produz um gradiente de densidade muito intenso. Por outro lado, na prensagem isostática ou hidrostática, a pressão é aplicada igualmente de todas as direções pela ação de um fluido. A aplicação de pressão em múltiplas direções obtém maior uniformidade da compactação e melhor capacidade de conformação de geometrias complexas, além de geralmente resultar em valores de densidade mais elevados. A prensagem isostática pode ser realizada na temperatura ambiente (a frio) ou em temperaturas de sinterização (a quente). Existem dois tipos principais de prensas isostáticas a frio: a *wet bag* e a *dry bag*. A prensagem do tipo *wet bag*, como a utilizada neste trabalho, consiste em colocar o pó dentro de um molde elastomérico e introduzir o molde em uma câmara com fluido. Com o aumento da pressão do fluido, as paredes do molde se deformam e transmitem a pressão uniformemente ao pó, compactando-o. Com a retirada da pressão, as paredes do molde retornam à posição inicial permitindo a fácil retirada do compactado. É um método versátil e que atinge boa uniformidade de densidade. Esse é o método de conformação preferido para esferas devido ao alto desempenho e baixo custo (RICHERSON, 2006). Uma das fontes de defeito neste tipo de operação é decorrente da recuperação elástica do molde. A descompressão deve ser lenta abaixo de 2 MPa para evitar uma pressão diferencial no interior da peça devido à pressão do ar, ou no entorno da peça devido ao contato com a parede do molde (REED, 1988).

2.1.2 Pré-queima e sinterização

A etapa de sinterização consiste na densificação da peça através da redução dos poros e retração da peça em altas temperaturas. O processo ocorre no estado sólido por mecanismos de difusão e fluxo viscoso como consequência do aumento da energia disponível em altas temperaturas. A sinterização pode ser resumida em três etapas. A etapa inicial envolve o rearranjo das partículas aumentando os pontos de contato e a formação de pescoços (Figura 1). Nesta etapa ocorre pequeno aumento da densidade ($< 2\%$), e consequente retração da peça. Apesar da pequena retração, devido à formação de pescoços (pequenas ligações formadas nos pontos de contato entre as partículas), essa etapa aumenta a resistência da peça, antes de ocorrer

a total densificação (RICHERSON, 2006). Essa etapa é objeto de interesse no presente trabalho, devido ao aumento da resistência mecânica que permita o corte dos corpos de prova, sem, contudo, alterar significativamente a densidade da peça.

Figura 1 – Estágio inicial de sinterização, mostrando rearranjo das partículas e formação de pescoços



Fonte: Adaptada de Richerson (2006, p.478).

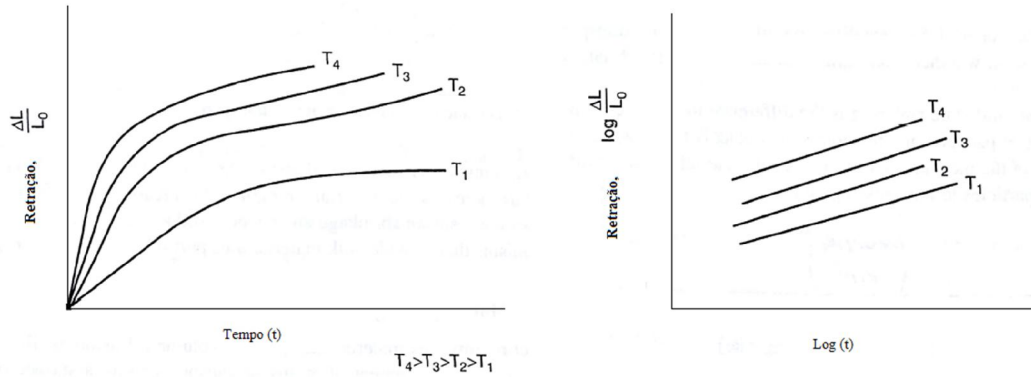
A etapa intermediária é onde ocorre a maior parte da densificação, com o crescimento dos pescoços, crescimento do grãos e grande retração. Essa etapa não deve ser atingida na etapa de pré-queima pois comprometeria o estudo da distribuição de densidade da peça. Na etapa final, ocorre uma diminuição da taxa de densificação, os grãos continuam a crescer rapidamente, os poros deixam de estar conectados e aqueles localizados nos contornos de grão são eliminados (RICHERSON, 2006).

Dentre os mecanismos atuantes na sinterização, a difusão volumétrica tem papel destacado nas etapas iniciais. A difusão consiste na movimentação de átomos e discordâncias através da superfície ou através do volume do material. Quanto ocorre através do volume, a difusão é acompanhada por retração. A temperatura tem efeito notável sobre a retração, pois aumenta a velocidade de difusão de material. Tal comportamento pode ser demonstrado pelos gráficos expressos na Figura 2, que destacam o papel fundamental da temperatura sobre a velocidade de retração nos estágios iniciais da sinterização. Quanto maior a temperatura, maior a taxa de difusão e maior a retração da peça (REED, 1988; RICHERSON, 2006).

A Figura 3 apresenta uma curva de densificação da alumina em função da temperatura. Na faixa de temperatura entre 1100°C e 1150° (68 a 71% da temperatura de sinterização) o trecho da curva é praticamente horizontal, evidenciando pouca retração. Essa seria a faixa de temperatura de pré-queima que envolve somente o mecanismo do estágio inicial descrito anteriormente. No presente trabalho, buscou-se realizar a pré-queima das esferas em uma temperatura que estivesse dentro dessa faixa de forma que a resistência mecânica fosse

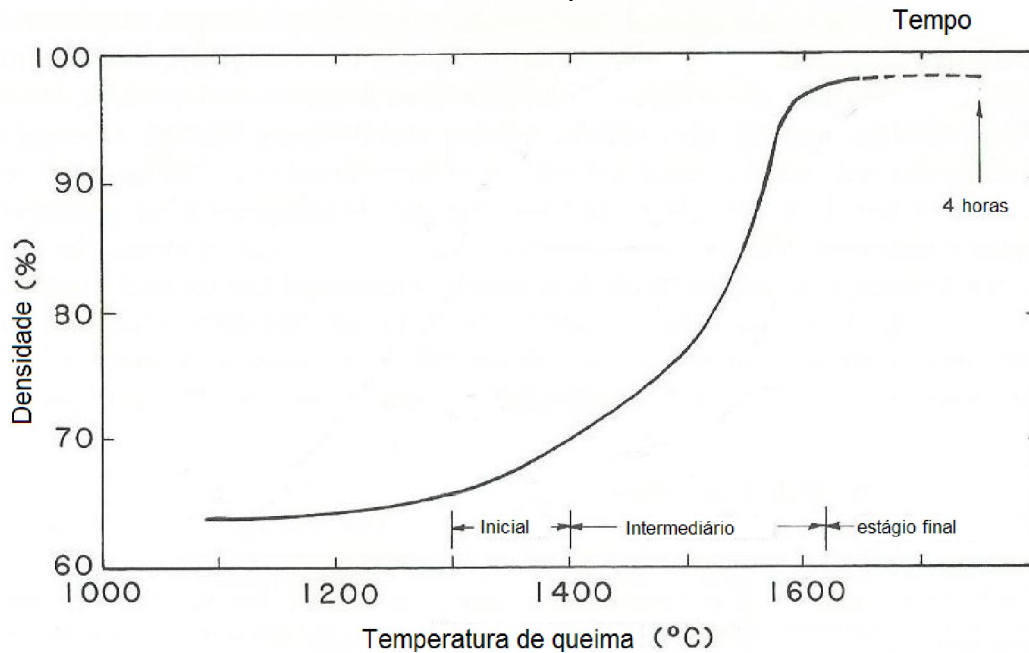
suficiente para operação de corte, mas com mínima densificação da peça para não influenciar consideravelmente os resultados.

Figura 2 – Curvas típicas mostrando o efeito do tempo e da temperatura na sinterização



Fonte: Adaptado de Richerson (2006, p.482).

Figura 3 – Comportamento de densificação de compactado de alumina em função da temperatura e tempo durante ciclo com taxa de aquecimento constante



Fonte: Adaptado de Reed (1988, p. 595).

2.2 Elementos Finitos

A técnica de elementos finitos é um tipo de análise numérica que consiste em discretizar a geometria em análise em um número finito de elementos cujo comportamento pode ser mais facilmente equacionado e resolver o estado de tensão e deformação para cada um desses

elementos. A solução simultânea das equações obtidas para cada elemento aproxima o comportamento da estrutura como um todo (ZIENKIEWICZ; TAYLOR, 2000). De forma geral, conforme a malha de elementos é refinada em elementos menores, ocorre uma redução do erro gerado pela discretização, porém mais cálculos são necessários e, portanto, maior custo computacional.

A geometria da peça pode ser discretizada usando diversos tipos de elementos, classificados por famílias de elementos. Em geometrias mais simples e com o comportamento mais previsível, pode ser muito útil utilizar famílias “baratas” computacionalmente (elementos de barra, viga, casca...). Em casos de simulações de geometrias tridimensionais complexas é necessário muitas vezes utilizar elementos genéricos que são mais “caros” computacionalmente (No software ABAQUS essa família é chamada de elementos contínuos). Estes podem ser bidimensionais ou tridimensionais. Características da modelagem como estado plano de tensões ou deformações e simetria podem ser inferidas sobre a geometria e utilizadas na escolha mais adequada do tipo de elemento finito, simplificando e reduzindo o custo computacional. Um outro ponto importante a ser notado são os elementos híbridos. Esses elementos são indicados para materiais incompressíveis ou com comportamento próximo a isso (coeficiente de Poisson entre 0,475 e 0,5). Materiais incompressíveis não sofrem deformações quando submetidos a carregamentos isostáticos. Por isso, utilizando elementos comuns, não seria possível determinar a pressão hidrostática sobre o elemento a partir dos seus deslocamentos. Para contornar tal problema, um grau de liberdade a mais é colocado no elemento de forma a computar a pressão hidrostática (SIMULIA, 2014b, cap. 4). Em geral, o manual do software recomenda elementos quadráticos com integração reduzida para a maior parte das simulações. Já em simulações que envolvam contato, geralmente é melhor usar elementos de primeira ordem (lineares). Elementos quadráticos podem ter problemas devido à maneira como esses elementos calculam as cargas decorrentes do contato. O algoritmo tem dificuldade para definir se a distribuição de força é constante ou varia através da aresta elemento. Já em elementos lineares esse problema não ocorre. No entanto, devido à sua formulação menos versátil, uma malha mais refinada é necessária para se obter resultados adequados quando se utilizam elementos lineares (SIMULIA, 2014b, cap. 12).

Para a resolução de problemas em mecânica dos sólidos, três conjuntos de equações são necessárias. Primeiro as equações de equilíbrio. Essas equações impõem um equilíbrio entre forças internas e externas para todos os nós da simulação. O segundo conjunto de equações são as equações de compatibilidade de deformações e deslocamento. Essas equações garantem que a geometria mantenha sua continuidade. Esses dois conjuntos de equações são gerais para

qualquer simulação, independentemente do tipo material. O último grupo de equações são as equações constitutivas do material. São essas equações que diferenciam os muitos comportamentos existentes como elasticidade, plasticidade, viscoelasticidade, etc. A relação mais conhecida e comumente usada é a relação para materiais elásticos lineares, conhecida como lei de Hooke. No entanto, muitos materiais não podem ser modelados por relações tão simples como essa, por envolverem comportamento não linear e/ou características dependentes do tempo, temperatura, histórico de carregamento, taxa de deformação e outras variáveis. Tais situações exigem modelos mais complexos e que envolvem mais constantes para determinação mais realista do comportamento do material. (SIMULIA, 2014b).

Para interações que envolvam contato, é preciso definir as superfícies que podem entrar em contato e as propriedades do contato. É importante destacar que análises que envolvem contato têm alto custo computacional, pois envolvem formulações não lineares que podem apresentar descontinuidades. (SIMULIA, 2014b, cap. 12).

2.2.1 Modelo constitutivo do pó cerâmico

A modelagem da compactação do pó cerâmico tem alguns desafios inerentes ao seu material. O primeiro desafio é o fato do material ser descontínuo e discreto. Apesar de ser possível fazer uma análise considerando cada partícula do pó, as interações entre cada partícula fazem com que a complexidade e custo computacional sejam muito altas (AYDIN; BRISCOE; ŞANLITÜRK, 1996). Um dos desafios é o equacionamento da plasticidade da compactação, pois o material sofre um encruamento não linear conforme é compactado. Além da plasticidade, o problema envolve a recuperação elástica do material durante a descompactação. Para lidar com essas complicações são utilizados modelos especiais, muitos deles desenvolvidos no contexto da mecânica dos solos, que aproximam o comportamento macroscópico do pó como um meio contínuo. Dos diversos modelos existentes, buscou-se utilizar um modelo já implementado no software e já utilizado em trabalhos anteriores, em especial, no próprio histórico de pesquisa do laboratório.

O modelo Drucker-Prager/cap foi escolhido devido à sua ampla utilização no meio científico para a modelagem de compactação de pós apresentando bons resultados (AYDIN; BRISCOE; ŞANLITÜRK, 1996; ZIPSE, 1997; WU et al., 2005; SINKA, 2007; HAN et al., 2008). Ele foi utilizado anteriormente pela equipe do laboratório para a realização da otimização do molde tendo em vista a redução da perda de material (Canto, 2002). Este modelo é baseado no modelo Drucker-Prager limitado por uma superfície cap. O modelo Drucker-Prager/cap é

indicado para modelar material granulado como solos e rochas e que exibem um escoamento dependente da pressão aplicada e que endurece com o aumento da pressão, permitindo deformações inelásticas. O modelo é assumido isotrópico e sua superfície de escoamento é definida por três regiões: A superfície de Drucker-Prager que define o escoamento devido à falha por cisalhamento, a superfície *cap* que modela um mecanismo de encruamento inelástico representando a natureza plástica da compactação e uma superfície de transição suave entre os dois segmentos anteriores, introduzida para facilitar a implementação numérica (SIMULIA, 2014a, cap. 23.3; HAN et al., 2008). Quanto a escolha do software, todos os trabalhos que envolviam modelagem de pó cerâmico estudados neste projeto utilizavam o software ABAQUS®, no qual o modelo já está implementado. Era, portanto, vantajosa a utilização deste software tendo em vista a comparação e contribuição com a literatura.

As equações que descrevem as três superfícies de escoamento podem ser encontradas no manual do software (SIMULIA, 2014a, cap. 23.3). As equações são funções que relacionam a tensão equivalente de von Mises q e a tensão normal média p relacionada com as tensões nas direções principais (Equações 1 e 2). A superfície de cisalhamento de Drucker-Prager pode ser definida pela Equação 3.

$$q = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2]} \quad (\text{Eq. 1})$$

$$p = -\frac{(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3)}{3} \quad (\text{Eq. 2})$$

$$F_s = q - p \tan \beta - d = 0 \quad (\text{Eq. 3})$$

Sendo β o ângulo de atrito interno do material e d a sua coesão. Já a superfície *cap* é definida pela Equação 4.

$$F_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[\frac{Rq}{1 + \alpha \frac{\alpha}{\cos \beta}} \right]^2} - R(d + p_a \tan \beta) = 0 \quad (\text{Eq. 4})$$

Sendo R um parâmetro do material que controla a excentricidade da superfície *cap*, α um pequeno número (normalmente entre 0,01-0,05) usado para definir uma superfície de transição suave entre a superfície de cisalhamento e a superfície *cap* e p_a um parâmetro de

evolução que representa a deformação plástica volumétrica que causa encruamento (ou amolecimento). A superfície de transição é definida pela Equação 5.

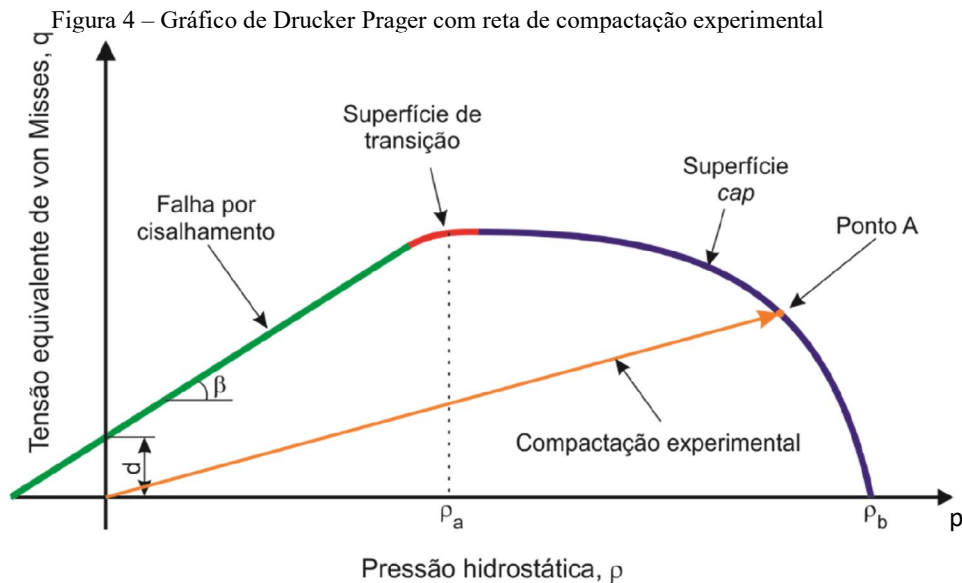
$$F_t = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[q - \left(1 - \frac{\alpha}{\cos \beta} \right) (d + p_a \tan \beta) \right]^2} - \alpha(d + p_a \tan \beta) = 0 \quad (\text{Eq. 5})$$

A lei de encruamento é implementada no software através de uma tabela que relaciona a tensão de compressão hidrostática p_b e a respectiva deformação plástica volumétrica inelástica ε_{vol}^{pl} . A deformação plástica representa o logaritmo da razão de volume inicial e final ou ainda o logaritmo da razão das densidades. O parâmetro de evolução (p_a) é dado pela equação 6.

$$p_a = \frac{p_b - Rd}{1 + R \tan \beta} \quad (\text{Eq. 6})$$

Foi observado na literatura que os parâmetros do modelo podem ser variáveis com a densidade (SINKA, 2007; HAN et al., 2008). Neste trabalho não se considerou essa variação e por simplificação, e adotou-se os valores baseados no estado final da peça, já que é o estado que interessa neste estudo.

As superfícies do modelo Drucker-Prager/cap e a curva experimental do ensaio de compactação uniaxial confinada são apresentadas na Figura 4. Este ensaio está descrito na seção 3.4.1 deste trabalho.



Fonte: Adaptado de SIMULIA (2014a, cap. 23.3.2).

2.2.2 Modelo constitutivo do elastômero

A modelagem do elastômero também apresenta suas peculiaridades. Apesar da elasticidade, o comportamento do elastômero é não linear e quase incompressível. Para simular a borracha de silicone foi escolhido utilizar um modelo hiperelástico. Os modelos hiperelásticos são ideais para materiais que apresentam uma resposta elástica instantânea para grandes deformações e cuja relação *tensão x deformação* não seja linear. Materiais hiperelásticos são descritos através da função de energia potencial de deformação, que é função dos invariantes de deformações desviadoras e da compressão volumétrica (SIMULIA, 2104a, cap. 22.5; SIMULIA, 2014b, cap. 10). Existem diversos modelos para a energia potencial de deformação. No presente trabalho foi utilizada a energia potencial de deformação de Van der Waals.

Este modelo pode ser descrito pela forma da energia potencial encontrada no manual do software ABAQUS® (Equações 7, 8 e 9).

$$U = G \left\{ -(\lambda_m^2 - 3)[\ln(1 - \eta) + \eta] - \frac{2}{3}a \left(\frac{\tilde{I} - 3}{2} \right)^{\frac{3}{2}} \right\} + \frac{1}{D} \left(\frac{J^2 - 1}{2} - \ln J \right) \quad (\text{Eq. 7})$$

$$\eta = \sqrt{\frac{\tilde{I} - 3}{\lambda_m^2 - 3}} \quad (\text{Eq. 8})$$

$$\tilde{I} = (1 - B)\bar{I}_1 + B\bar{I}_2 \quad (\text{Eq. 9})$$

Nestas equações, U é a energia potencial de deformação por unidade de volume; G é o módulo de cisalhamento; λ_m é a resistência de travamento; a é o parâmetro de interação global; B é um parâmetro empírico que define $\tilde{I}$ como uma combinação linear de $\bar{I}_1$ e $\bar{I}_2$, devendo estar restrito aos valores $0 < B < 1$; J é a razão do volume em relação ao volume inicial e D é o parâmetro que governa a compressibilidade. Este último se relaciona com o módulo volumétrico do material K pela equação 10.

$$K = \frac{2}{D} \quad (\text{Eq. 10})$$

$\bar{I}_1$ e $\bar{I}_2$ são o primeiro e segundo invariantes de deformações desviadoras, definidos pelas Equações 11 e 12.

$$\bar{I}_1 = \bar{\lambda}_1^2 + \bar{\lambda}_2^2 + \bar{\lambda}_3^2 \quad (\text{Eq. 11})$$

$$\bar{I}_2 = \bar{\lambda}_1^{(-2)} + \bar{\lambda}_2^{(-2)} + \bar{\lambda}_3^{(-2)} \quad (\text{Eq. 12})$$

$\bar{\lambda}_i$ (i=1,2,3) são as elongações desviadoras definidas na Equação 13.

$$\bar{\lambda}_i = J^{-\frac{1}{3}} \lambda_i \quad (\text{Eq. 13})$$

λ_i (i=1,2,3) são as elongações principais, que são a razão entre o comprimento atual e o comprimento original nas três direções principais do material.

Os parâmetros do modelo G , λ_m , a , B e D podem ser fornecidos ao software diretamente ou obtidos a partir de resultados ensaios experimentais. Estes são inseridos de forma tabular no programa que calcula automaticamente os parâmetros através de um ajuste pelo método dos mínimos quadrados. Os ensaios que podem ser utilizados como entrada são ensaios uniaxiais, biaxiais, triaxiais planares e volumétricos. Todos os ensaios podem ser tanto de tração como de compressão. Se dados de diferentes ensaios, correspondentes a diferentes estados de deformação forem utilizados, o método de cálculo dos parâmetros resulta em um modelo com melhor aproximação mais realista dos resultados. Os ensaios volumétricos só são relevantes quando a compressibilidade do material é relevante, como é o caso da simulação a ser desenvolvida no trabalho, indicando a necessidade de realizar esse tipo de ensaio (SIMULIA, 2104a, cap. 22.5; SIMULIA, 2014b, cap. 10).

É importante destacar que a qualidade dos parâmetros ajustados está ligada aos ensaios realizados. A realização de ensaios com estados de deformação diferentes permite uma definição mais realista do comportamento do material.

3 MATERIAS E MÉTODOS

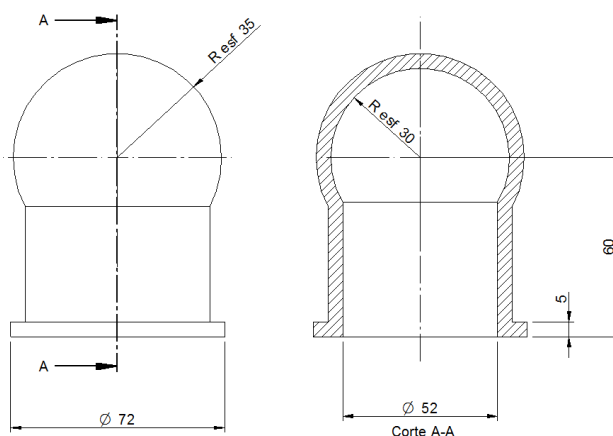
Para modelagem do processo de prensagem esferas cerâmicas e a correlação com a modelagem computacional foi decidido pelo pó de zircônia parcialmente estabilizada com 3%mol de Ytria por ser o material inicialmente preferido para aplicações de implantes. No sentido de não adicionar variáveis, foi optado pela não aditivação do pó, obtendo assim um limite máximo do efeito do atrito sobre o gradiente. Esferas de grande dimensão (~45mm) foram planejadas para também maximizar o gradiente de densidade. Foi experimentada uma pré-queima do compacto para resistir ao corte e medidas de densidade sem, entretanto, influenciar de forma significativa na densificação da peça. A medição de densidade pelo princípio de Arquimedes foi escolhida devido a precisão e aceite internacional. Para a modelagem optou-se pelo software ABAQUS® por ser muito utilizado para problemas de compactação de pós e ter o modelo Drucker-Prager/cap.

3.1 Fabricação do molde elastomérico

Foi realizado o projeto e manufatura de um molde para a produção das esferas cerâmicas. Para que as esferas atingissem um tamanho mais próximo de uma esfera de implante, foi desenvolvido um molde com diâmetro interno de 60 mm.

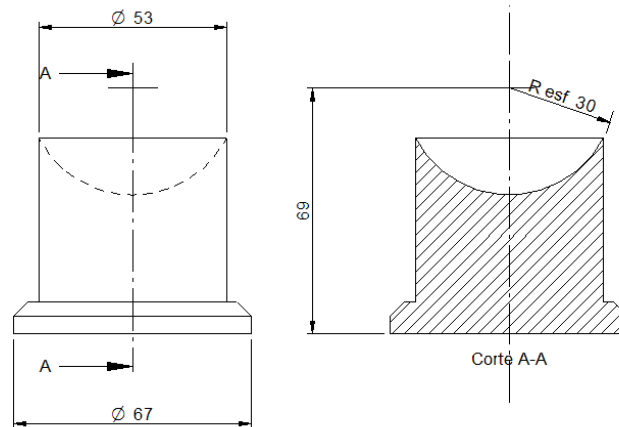
O conjunto do molde da esfera consiste de uma matriz elastomérica, uma tampa elastomérica e uma gaiola de suporte em plástico rígido. Os desenhos da matriz e da tampa encontram-se nas Figuras 5 e 6 respectivamente. A Figura 7 mostra a montagem do conjunto.

Figura 5 – Desenho da matriz elastomérica



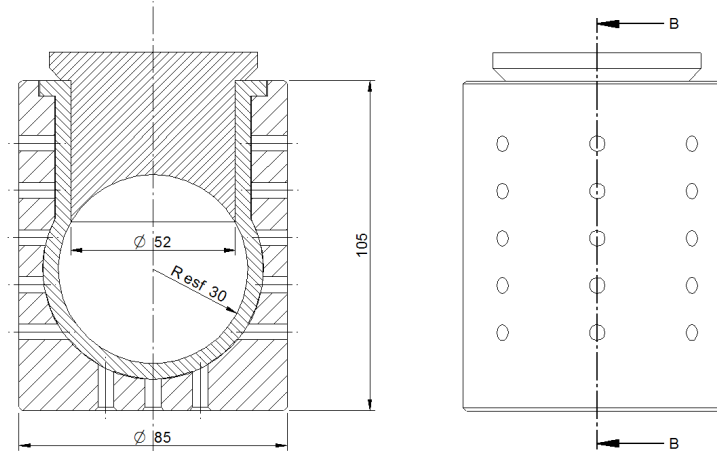
Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 6 – Desenho tampa elastomérica



Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 7 – Desenho do conjunto para prensagem das esferas cerâmicas.

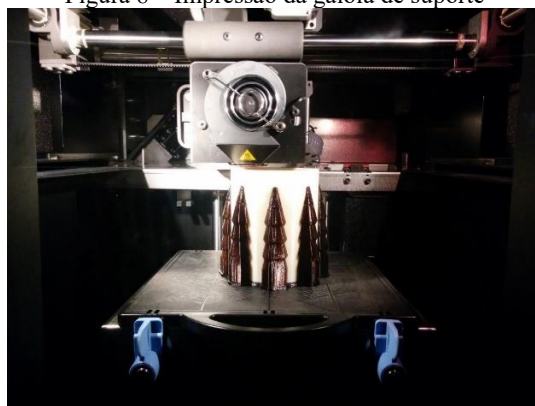


Fonte: Elaborada pelo autor

O molde da matriz, o molde da tampa e a gaiola de suporte foram manufaturado em plástico ABS através de manufatura aditiva em uma impressora 3D (tipo FDM (*Fused Deposition Modeling*)) (Figuras 8). O material de suporte frágil foi removido mecanicamente e a peça não passou por nenhum outro processo de acabamento.

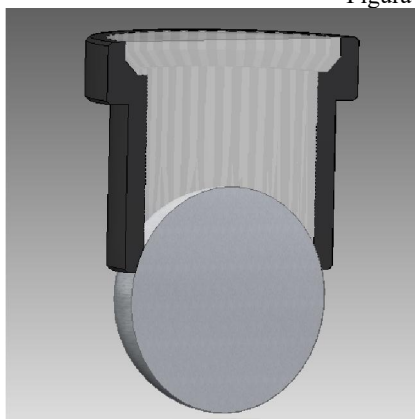
A matriz e a tampa elastoméricas foram feitas em silicone M 4644 (dureza 40 Shore A após cura). O silicone foi misturado com 10% em massa de catalisador. Após a mistura com o catalisador, o silicone foi colocado em câmara de vácuo para a retirada de microbolhas. A tampa foi feita por vazamento no molde da tampa (Figura 9). Para a confecção da matriz, foi utilizada uma seringa para injeção do silicone no molde de maneira lenta para que este pudesse ocupar toda a cavidade do molde (Figura 10). O silicone foi deixado para cura durante 1 dia antes da retirada das peças.

Figura 8 – Impressão da gaiola de suporte



Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 9 – Molde da tampa



a)



b)

Em a) Desenho 3D em corte do molde da tampa. Em b) Tampa de silicone durante o processo de cura.

Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 10 – Molde da matriz



a)



b)

Em a) Conjunto do molde bipartido da matriz. Em b) Montagem do molde da matriz mostrando base em nylon e esfera de 60 mm de diâmetro.

Fonte: Elaborada pelo autor

A montagem do conjunto para a prensagem consiste em colocar a matriz dentro da gaiola suporte que contém canais para entrada do fluido e selar com a tampa, que entra na matriz com interferência. As peças separadas e a montagem podem ser vistas na Figuras 11.

Figura 11 – Peças completas e montagem do conjunto



Em a) Gaiola de suporte, matriz e tampa de silicone. Em b) conjunto de prensagem completo e montado.

Fonte: Elaborada pelo autor

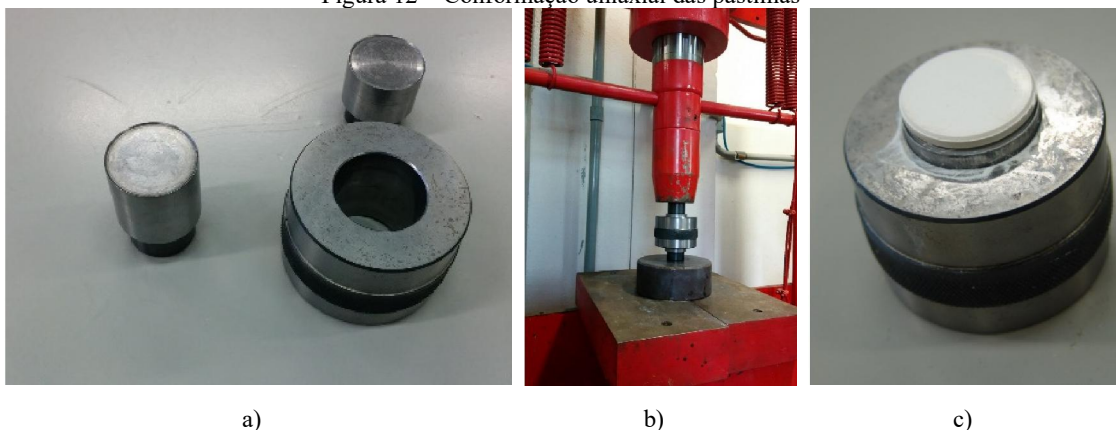
3.2 Estudo da temperatura de queima

Para a medição de densidade pelo princípio de Arquimedes as peças precisam ser cortadas e serem imersas em um líquido. Entretanto, as peças recém presadas se desintegram facilmente. Uma opção para garantir a integridade é realizar uma pré-queima. Entretanto, o processo de difusão durante a pré-queima resulta em retração que será diferencial em função da densidade, ou seja, para regiões menos densas retrairão mais. Este processo de certa maneira diminui o gradiente densidade, introduzindo erro quanto ao objetivo da pesquisa. Neste sentido, foi preciso encontrar a temperatura mínima que ofereça estabilidade à esfera com a mínima retração para não interferir consideravelmente na densificação.

Para decidir sobre a melhor temperatura de pré-queima, foram realizados ensaios em pastilhas do mesmo material das esferas: Zircônia tetragonal parcialmente estabilizada com 3% Y_2O_3 , obtida da marca TOSOH. É conhecido que temperaturas de pré-queima estão em torno de 70% da temperatura de sinterização que é aproximadamente 1380°C para a zircônia utilizada na pesquisa. Foram escolhidas as seguintes temperaturas para análise: 800, 850, 900 e 950°C.

Para realização dos ensaios, foram prensadas uniaxialmente pastilhas de diâmetro 37 mm por 4mm de espessura, utilizando molde metálico com dois pistões (Figura 12a). O cilindro e os pistões foram lubrificadas com ácido oleico e com grafite em pó. Foi utilizada uma prensa hidráulica uniaxial com capacidade de 60 toneladas, utilizando matriz flutuante para efeito dupla ação (o atrito do molde é suficiente para segurar o molde) (Figura 12b). Foram depositados 11 g de pó de zircônia por pastilha e prensadas com 4 toneladas (3,7 MPa). Essa baixa pressão foi utilizada com o intuito de permitir a maior retração possível da peça durante a queima, permitindo assim uma estimativa de retração maior que a que ocorreria na esfera (prensada com 210 MPa) estabelecendo um limite superior ao erro. Uma pastilha prensada pode ser vista na Figura 12c.

Figura 12 – Conformação uniaxial das pastilhas



Em a) cilindro e pistões. Em b) prensagem de pastilha com destaque para a matriz flutuante. Em c) pastilha prensada.

Fonte: Elaborada pelo autor

Após a prensagem, mediu-se a massa das pastilhas e diâmetro médio de cada pastilha. Foram queimadas duas pastilhas em cada um dos ciclos de queima. Os ciclos consistiram de uma rampa da temperatura ambiente até 120°C a uma taxa de 1°C/min (remoção de umidade adsorvida); seguido de rampa de 120°C até 600°C a 5°C/min (para remoção de lubrificantes e possíveis resíduos orgânicos; rampa de 600°C até a temperatura final a 6°C/min e mantido na temperatura de análise por 1 hora (para início da formação dos pescoços entre as partículas). Após o fim do ciclo de queima, o forno é desligado e as pastilhas retiradas após o forno resfriar e atingir a temperatura ambiente. Após a queima a massa e o diâmetro médio foram medidos novamente. Com essas medidas, calculou-se a retração linear das pastilhas em relação ao diâmetro inicial.

As amostras foram deixadas imersas em álcool isopropílico com pureza mínima de 99,5% durante 24 horas para completa penetração do álcool em todos os poros abertos das pastilhas. Após esse tempo foi realizado o ensaio de porosidade segundo o princípio de Arquimedes. Foi utilizada uma balança com 0,00001 grama de precisão. Foram obtidos o peso seco, imerso e úmido de cada uma. Para a obtenção do peso imerso foi montado o aparato da Figura 13. O frasco está apoiado fora da balança e apenas a rede está pendurada em um suporte apoiado na balança. Para a obtenção do peso úmido estabeleceu-se a metodologia de secar levemente a pastilha em lenço úmido com álcool isopropílico de forma não retirar o álcool dos poros e nem deixar álcool sobrenadante na superfície. A alta taxa de evaporação do álcool impedia a estabilização da balança, mudando constantemente o valor exibido. Portanto, para padronização e sistematização dos dados estabeleceu-se que o valor adotado seria o exibido 10 segundos após a colocação da pastilha na balança. Essa medida foi realizada duas vezes para cada pastilha, visando minimizar erros. Vale ressaltar que essa metodologia se mostrou válida já que o valor das duas medições foi similar, mostrando boa repetibilidade.

Figura 13 – Aparato utilizado para obtenção de peso imerso.



Fonte: Elaborada pelo autor

Os valores de peso seco, úmido e imerso foram utilizados para obter a porosidade e densidade das amostras usando as Equações 14 a 19 adaptadas da norma ASTM C373-88 levando em consideração que o fluido utilizado não é água. A medida da porosidade total foi obtida pela Equação 20 obtida da tese de Delcolle, (2010, p. 74) e que só pode ser utilizada quando somente um único material e fase estão presentes na peça.

$$V_t = \frac{P_u - P_i}{d_{liq}} \quad (\text{Eq. 14})$$

$$V_{pa} = \frac{P_u - P_s}{d_{liq}} \quad (\text{Eq. 15})$$

$$V_i = \frac{P_s - P_i}{d_{liq}} \quad (\text{Eq. 16})$$

$$P_{aparente} = \frac{V_{pa}}{V_t} \times 100 = \left[\frac{P_u - P_s}{P_u - P_i} \right] \times 100 \quad (\text{Eq. 17})$$

$$d_{ip} = \frac{P_s}{V_i} \quad (\text{Eq. 18})$$

$$d_t = \frac{P_s}{V_t} \quad (\text{Eq. 19})$$

$$P_{total} = \left[\frac{P_{aparente}}{100} + \left[\left(1 - \frac{d_{ip}}{d_m} \right) \times \left(1 - \frac{P_{aparente}}{100} \right) \right] \right] \times 100 \quad (\text{Eq. 20})$$

Sendo:

V_t = volume total da peça

V_{pa} = volume dos poros abertos

V_i = volume impermeável

P_u = peso úmido

P_s = peso seco

P_i = peso imerso

$P_{aparente}$ = porosidade aparente (aberta)

P_{total} = porosidade total

d_{ip} = densidade aparente do volume impermeável

d_t = densidade aparente do volume total

d_m = densidade do material totalmente densificado

d_{liq} = densidade do líquido utilizado na medição

A densidade do álcool isopropílico (d_{liq}) é 0,786 g/cm³. A densidade da zircônia parcialmente estabilizada quando totalmente densificada (d_m) é de 6,4 g/cm³. Devido à

evaporação rápida do álcool e variações de sua densidade com a temperatura, a densidade aparente tem precisão de mais ou menos $0,03 \text{ g/cm}^3$ sendo os experimentos realizados em ambiente fechado. A temperatura de pré-queima selecionada foi de 900°C (a justificativa está na seção dos resultados).

Duas pastilhas que haviam sido prensadas na prensa hidráulica uniaxial, foram prensadas hidrostáticamente a 200 MPa. Essas pastilhas foram pré-queimadas para melhor avaliação do erro causado pela pré-queima na cerâmica prensada com a mesma pressão das esferas. Para realizar a compactação isostática, as pastilhas prensadas a 4 MPa foram introduzidas em material elástico e seladas a vácuo antes de serem submetidas à pressão isostática. Após prensadas isostaticamente, a medição da densidade foi feita de forma similar às outras pastilhas.

3.3 Esferas cerâmicas

As esferas cerâmicas foram obtidas na prensa isostática do laboratório, utilizando o pó zircônia parcialmente estabilizada com 3% Ytria. As esferas foram pré-queimadas e uma das esferas foi segmentada para medição da densidade dos seus segmentos pelo princípio de Arquimedes.

3.3.1 Prensagem isostática

Utilizando o molde desenvolvido, foi adicionado pó de zircônia até preencher toda a cavidade útil do molde. O molde foi fechado e colocado na prensa (Figura 14).

Figura 14 – Molde sendo introduzido na prensa isostática



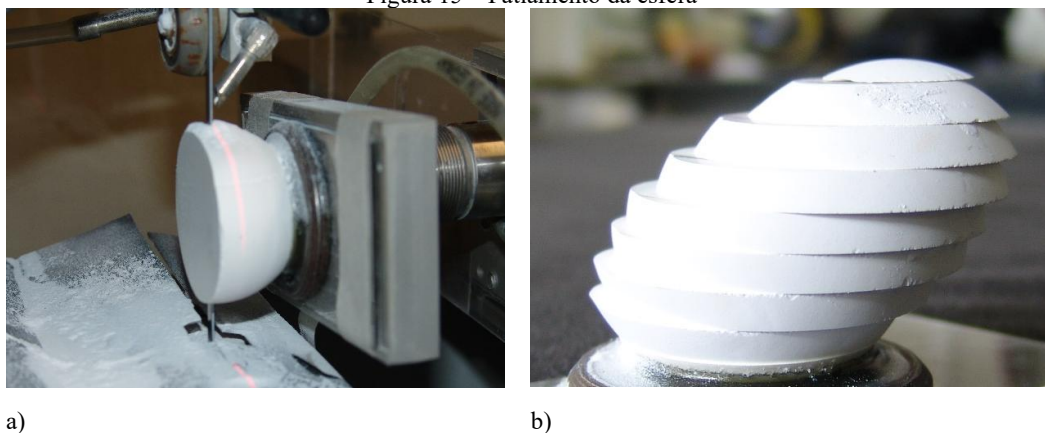
Fonte: Elaborada pelo autor

O vaso foi pressurizado com 200 MPa mantidos durante 2 minutos. A descompressão foi feita lentamente para evitar o trincamento da peça devido à rápida deformação do molde. Foram obtidas duas esferas seguindo esta metodologia.

3.3.2 Corte e medição do perfil de densidade

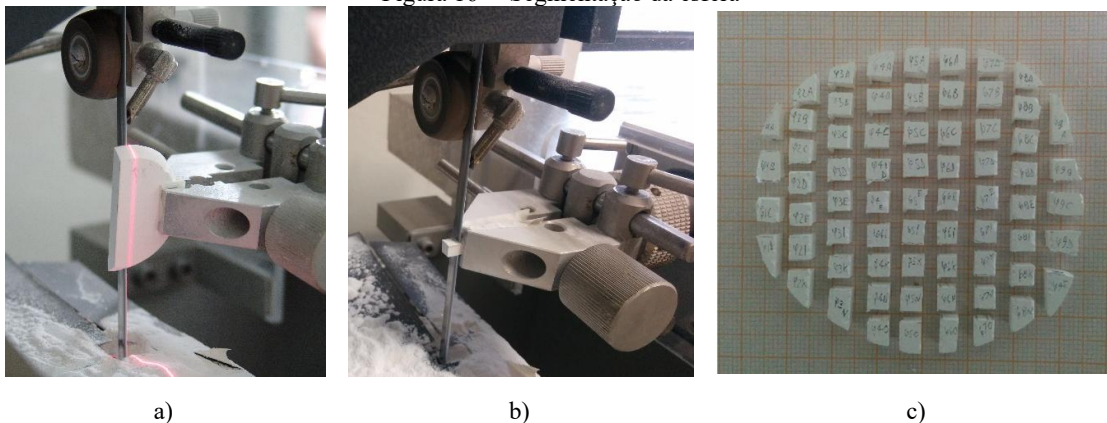
Para o corte, utilizou-se uma máquina Exakt de corte com serra de fita recoberta com diamante. As esferas foram cortadas em fatias de espessura aproximada 5 mm (Figura 15). As fatias foram cortadas em tiras e as tiras cortadas em blocos com dimensões próximas de um cubo com 5 mm de aresta (Figura 16). Os blocos foram identificados pela posição espacial na esfera.

Figura 15 – Fatiamento da esfera



Em a) corte na serra Exact; em b) fatias da esfera após corte
Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 16 – Segmentação da esfera



Em a) corte de uma tira; em b) corte de um bloco; em c) blocos cortados de uma seção
Fonte: Elaborada pelo autor

Para medição da densidade, foram selecionados os blocos da seção central da esfera, por esta apresentar simetria axial. As amostras foram deixadas imersas por mais de 24 horas em álcool isopropílico para completa penetração. A medição da densidade de cada bloco foi realizada segundo a norma de forma análoga à realizada com as pastilhas.

3.4 Ensaios para obtenção dos parâmetros da modelagem

Foram realizados diversos ensaios para obtenção dos parâmetros do pó cerâmico, da borracha de silicone e do atrito do contato zircônia-borracha. Os parâmetros obtidos nos ensaios foram utilizados como entrada da simulação no software de elementos finitos.

3.4.1 Parâmetros do pó cerâmico

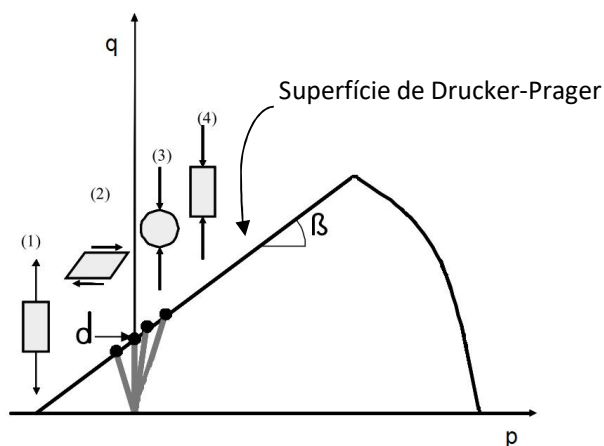
Para implementação do modelo Drucker-Prager/cap, o software exige a definição dos seguintes parâmetros: ângulo de atrito interno do material (β); coesão (d); parâmetro que controla a forma (excentricidade) da superfície cap (R); a constante usada para definir uma superfície de transição suave (α); a deformação plástica volumétrica inicial ($\varepsilon_{vol}^{pl} |_0$). Além desses parâmetros, é preciso fornecer um conjunto de pontos que formem a curva de encruamento do material, ou seja, a relação entre pressão hidrostática (p_b) e a deformação plástica volumétrica ε_{vol}^{pl} . Existe um outro parâmetro necessário a simulação (indicado por K no software) que define a razão entre o escoamento em tração e compressão que altera o modelo Drucker-Prager/cap. O valor de K não influi somente no comportamento do modelo em tração. Quando K tem valor 1 não há dependência do terceiro invariante de tensões desviadores e o comportamento em tração é o mesmo que em compressão (SIMULIA, 2014a, cap. 23.3). Como a simulação realizada considera a compressão, foi adotado K=1, sendo este valor indiferente nas simulações. Todas definições e equações do modelo apresentadas nesta pesquisa consideram essa razão.

O modelo Drucker-Prager/cap avalia o comportamento de escoamento do material. Dentro da região delimitada pelas três regiões do modelo, o material se comporta de forma linear elástica e, portanto, também são necessários o módulo elástico (E) e o coeficiente de Poisson (ν) para completa definição das propriedades do material.

Para a obtenção dos parâmetros da superfície de Drucker-Prager (β e d) foi utilizada uma metodologia que consiste de obter a tensão de falha para dois tipos diferentes de estados

de tensão que podem ser: tração uniaxial, cisalhamento puro, compressão diametral e compressão uniaxial (SINKA, 2007) (Figura 17).

Figura 17 – Possíveis ensaios para obtenção da superfície e cisalhamento

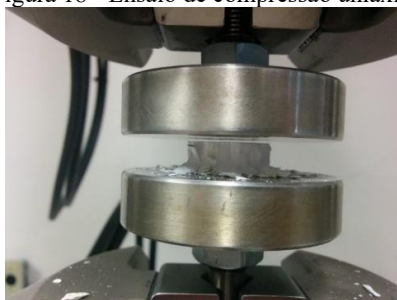


Fonte: adaptada de (SINKA , 2007)

Neste trabalho foram utilizados os ensaios de compressão uniaxial e compressão diametral. Os corpos de prova utilizados nos ensaios foram preparados através de pré-conformação uniaxial seguida pela prensagem isostática à 210 Mpa, procedimento similar ao utilizado para as pastilhas dos ensaios da temperatura de queima. Os coeficientes obtidos por esse método se referem a condição de densidade das pastilhas, que equivale a condição final das esferas. Neste trabalho não foi computada a variação dos parâmetros ao longo da simulação como realizado em outros trabalhos (HAN et al., 2008).

Os ensaios mecânicos foram todos realizados na máquina MTS Bionix, modelo 370.02, com carga máxima de 15kN e garra hidráulica. O ensaio de compressão uniaxial utilizou um corpo de prova cilíndrico de diâmetro 23,54 mm e 9,55 mm de altura (Figura 18). O corpo foi sujeito a compressão à uma velocidade de 0,1 mm/min.

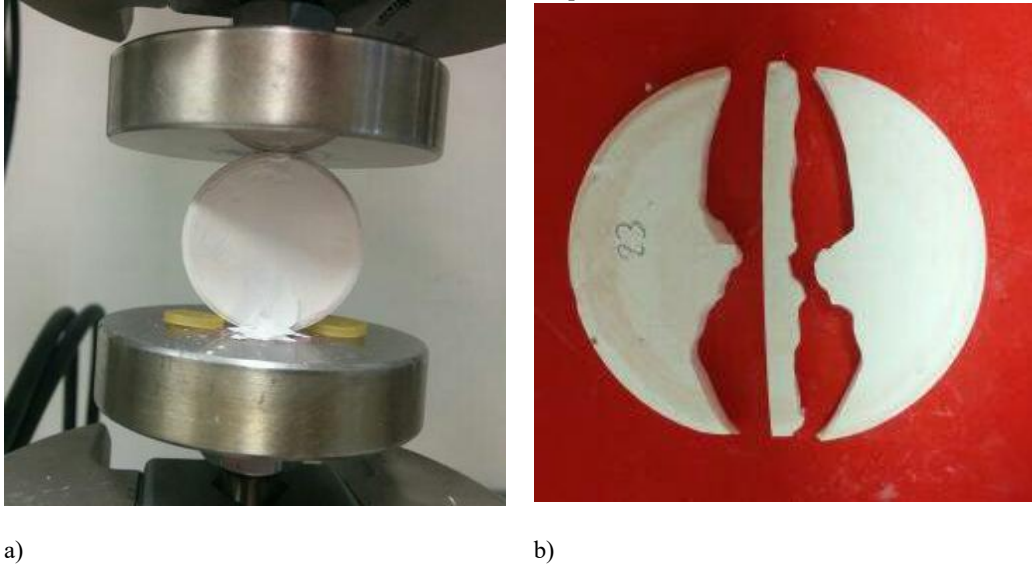
Figura 18 - Ensaio de compressão uniaxial



Fonte: Elaborada pelo autor

O ensaio de compressão diametral (Figura 19) foi realizado com velocidade de 0,3 mm/min. Foram realizados dois ensaios e o valor da tensão adotado foi a média dos resultados. As dimensões dos dois corpos de prova utilizados estão apresentadas na Tabela 1.

Figura 19 – Ensaio de compressão diametral



Em a) realização do ensaio diametral. Na imagem há dois suportes de borracha que foram colocados como suporte para evitar que o corpo de prova rolasse. Em b) corpo de prova após ruptura no ensaio.

Fonte: Elaborada pelo autor

Tabela 1 – Dimensões dos corpos de prova do ensaio de compressão diametral.

Corpo de prova	Diâmetro (mm)	Espessura (mm)
1	14,18	23,92
2	17,23	34,66

Fonte: Elaborada pelo autor

A tensões de ruptura nos ensaios uniaxial σ_c^f e diametral σ_d^f são definidas pelas Equações 21 e 22.

$$\sigma_c^f = \frac{4F}{\pi D_p^2} \quad (\text{Eq. 21})$$

$$\sigma_d^f = \frac{2F}{\pi D_p t} \quad (\text{Eq. 22})$$

Onde F é a força máxima, D_p é o diâmetro da pastilha e t a espessura. Com essas tensões é possível obter dois pontos da superfície de cisalhamento e assim obter os coeficientes angular e linear ($\tan(\beta)$ e d , respectivamente) da reta de cisalhamento a partir das seguintes relações (Equações 23 e 24) encontradas na literatura (HAN et al., 2008):

$$d = \frac{\sigma_c^f \sigma_d^f (\sqrt{13}-2)}{\sigma_c^f + 2\sigma_d^f} \quad (\text{Eq. 23})$$

$$\beta = \tan^{-1} \left[\frac{3(\sigma_c^f + d)}{\sigma_c^f} \right] \quad (\text{Eq. 24})$$

Para obtenção da curva *cap*, foi realizado um ensaio volumétrico de compressão seguida de descompressão do pó confinado em um cilindro de diâmetro interno 8 mm (Figura 20). Foi adicionado pó suficiente para completar uma altura de 6,58 mm. Foi utilizado um cilindro de pequeno diâmetro para ser possível atingir pressões elevadas (210 MPa) sem exceder o limite de carga da máquina utilizada (15 kN). A compressão foi realizada com velocidade de 1 mm/min. A descompressão foi realizada retrocedendo o cilindro em incrementos de 0,01 mm.

Figura 20 - Cilindro e pistão utilizados no ensaio de compressão confinada



Fonte: Elaborada pelo autor

Para esse ensaio, a pressão hidrostática e a tensão de von Mises podem ser calculadas pelas Equações 25 a 27.

$$p = -\frac{1}{3}(\sigma_z + 2\sigma_r) \quad (\text{Eq. 25})$$

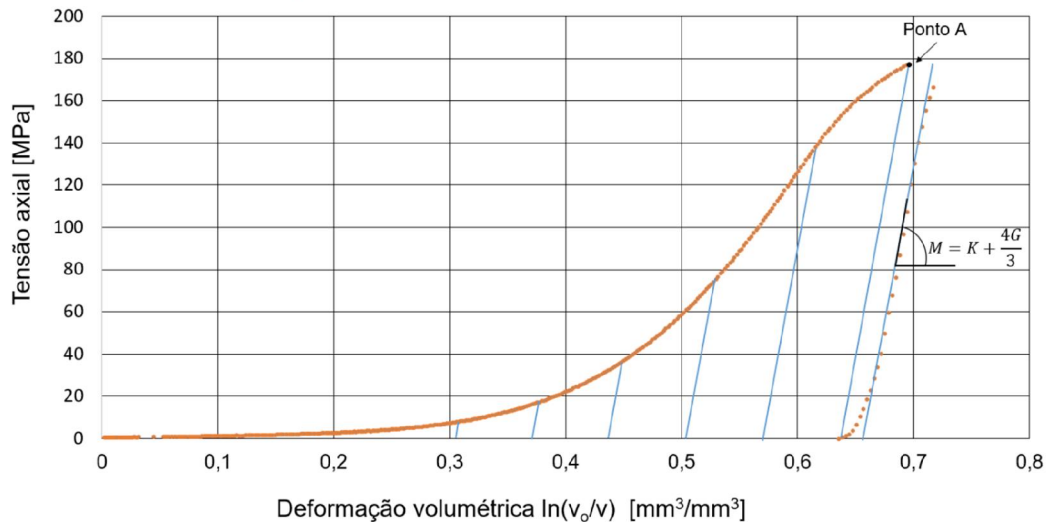
$$q = |\sigma_z - \sigma_r| \quad (\text{Eq. 26})$$

$$k_0 = \frac{\sigma_r}{\sigma_z} \quad (\text{Eq. 27})$$

Onde σ_r e σ_z são as tensões radiais e axiais respectivamente e k_0 é a razão entre elas. A curva deste ensaio está representada nas Figuras 21. A curva de compressão pode ser representada no plano p - q juntamente com sua representação no modelo Drucker-Prager (Figura 4, pág. 34).

Nesse tipo de experimento sem um cilindro instrumentado, não é possível aferir a tensão radial, sendo, portanto necessário estimar um valor para a razão (k_0) entre as tensões radial e axial no ponto de máxima compressão (Ponto A). Para tanto, foi feita uma busca na literatura (AYDIN; BRISCOE; ŞANLITÜRK, 1996; ZIPSE, 1997), assim como um estudo paramétrico da influência de k_0 e α , para observar a influência da escolha destes fatores nos outros parâmetros da simulação. Como resultado, foi adotado $\alpha = 0,03$ e $k_0 = 0,6$.

Figura 21 - Curva de compressão e descompressão confinada



Fonte: Elaborada pelo autor

O ponto de tensão máxima do ensaio de compressão volumétrica (Ponto A) se encontra sob a superfície cap de plastificação, logo satisfaz sua equação (Equação 4, pág. 33). HAN et al. (2008) considerou que o escoamento na direção radial é nulo na parede do cilindro e, portanto, a derivada do fluxo do potencial de escoamento da superfície cap em relação a tensão

radial é nulo neste ponto, obtendo-se a equação 28. Assim de posse de k_0 e α , é possível obter R , p_a e p_b do ponto A através da solução simultânea das equações 4, 6 e 28.

$$-\frac{2}{3}(p - p_a) + \frac{R^2 q}{\left(1 + \alpha \frac{\alpha}{\cos \beta}\right)^2} = 0 \quad (\text{Eq. 28})$$

Para obtenção da curva de encruamento foi adotada a metodologia utilizada em vários trabalhos pesquisados (AYDIN; BRISCOE; ŞANLITÜRK, 1996; WU et al., 2005). O início da descompressão é assumido linear e elástico como pode ser observado na Figura 21. A tangente da curva de descompressão representa o *constrained modulus* (M) do material que se relaciona com o módulo volumétrico (K) e o módulo de cisalhamento (G) de acordo com a equação 29.

$$M = K + \frac{4G}{3} \quad (\text{Eq. 29})$$

É assumido que a deformação elástica da peça durante toda a compressão é proporcional à tensão axial e tem a mesma inclinação M . Assim para cada ponto na *curva de tensão x deformação volumétrica* foi subtraído o termo de deformação elástica, obtendo a deformação plástica (ε_{vol}^{pl}) ponto a ponto (as retas azuis na figura 21 representam o carregamento elástico e o ponto que elas cruzam o eixo da deformação volumétrica equivale a deformação plástica). Assumindo o valor de R constante, foi encontrado o valor equivalente de p_b para cada ponto da curva de carregamento pela resolução das equações 4, 6 e 28, obtendo-se assim a curva de encruamento, que foi ajustada por uma relação exponencial. A deformação plástica no início da conformação ($\varepsilon_{vol}^{pl} |_0$) é zero, já que o pó não foi compactado.

Com o valor de M e definindo um valor para o coeficiente de Poisson ν é possível encontrar o valor dos módulos K , G e E pela resolução das equações da elasticidade linear (Equações 29, 30 e 31). Adotou-se $\nu = 0,2$ baseado na escolha de outros trabalhos (AYDIN; BRISCOE; ŞANLITÜRK, 1996; ZIPSE, 1997).

$$\nu = \frac{3K - 2G}{6K + 2G} \quad (\text{Eq. 30})$$

$$E = \frac{9KG}{3K + G} \quad (\text{Eq. 31})$$

O programa apresenta como saída a deformação volumétrica que pode ser relacionada com a densidade pela Equação 32.

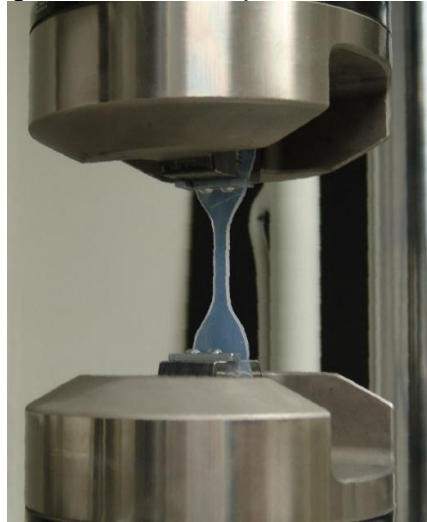
$$(\varepsilon_{vol}^{pl}) = \ln\left(\frac{V_0}{V}\right) = \ln\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right) \quad (\text{Eq. 32})$$

3.4.2 Parâmetros da borracha de silicone

Para a calibração do modelo hiperelástico foram realizados os seguintes ensaios: tração uniaxial, compressão uniaxial e compressão volumétrica. O resultado dos ensaios foi inserido no software para ajuste dos parâmetros.

Para o ensaio de tração (Figura 22), a borracha de silicone foi vazada na forma de um filme de espessura 3 mm que foi cortado em uma prensa hidráulica na forma de “gravata” (Figura 23) utilizando um molde do tipo C, segundo a norma ASTM D412-06a. Foram realizados ensaios com 3 corpos de provas. Foram realizadas duas marcações na seção do corpo de prova para medição da deformação nominal através de dispositivo ótico.

Figura 22 - Ensaio de tração uniaxial

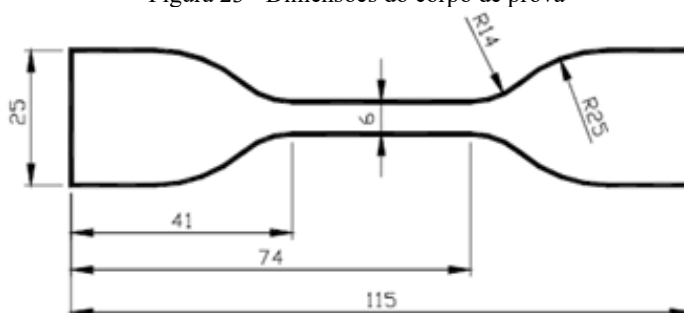


Fonte: Elaborada pelo autor

Para compressão uniaxial (Figura 24), foram utilizados corpos de provas cilíndricos. Os corpos de prova foram obtidos por vazamento em forma cilíndrica. O ensaio utilizou uma velocidade de compressão de 10 mm/min e foi baseado na norma ASTM D575-91. Os ensaios de tração e compressão uniaxiais foram combinados em uma única curva relacionando a tensão

e deformação nominais. Os valores de compressão foram adotados como negativos e os de tração como positivos.

Figura 23 - Dimensões do corpo de prova



Fonte: adaptada de (CANTO, 2002).

Figura 24 - Ensaio de compressão uniaxial



Fonte: Elaborada pelo autor

A compressão volumétrica foi realizada conforme recomendado pelo próprio manual do software (SIMULIA, 2104a, cap. 22.5). Um cilindro de silicone de diâmetro 25,10 mm e altura 50,83 mm lubrificado com ácido oleico foi inserido sem folga dentro de um molde cilíndrico. Foi realizada a compressão confinada utilizando um pistão com folga radial de 30 micra em relação ao molde. Foi obtida a relação da pressão com a deformação volumétrica. Conforme a recomendação do manual do software, foi adotado que a tensão radial equivale a tensão axial, já que o módulo volumétrico K é muito maior que o módulo de cisalhamento G nos materiais hiperelásticos.

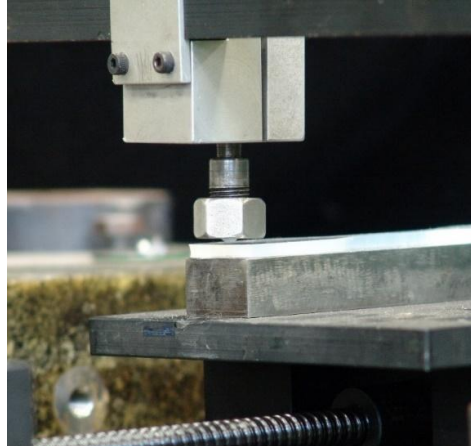
Os resultados dos ensaios foram inseridos no software que permite a comparação e avaliação de vários modelos hiperelásticos disponíveis com relação aos ensaios mecânicos. Essa avaliação resultou na escolha do modelo hiperelástico baseado na forma da energia

potencial de deformação de van der Waals. Os parâmetros desse modelo foram ajustados automaticamente pelo software.

3.4.3 Coeficiente de atrito

Foi montada uma bancada experimental (Figura 25) para medição do coeficiente de atrito do par tribológico: *borracha de silicone x esfera de zircônia*. A bancada consistia uma ponta de esfera polida de zircônia 3Y de $\varnothing 5\text{mm}$ apoiada sobre um corpo de prova de borracha de silicone preso em uma mesa com velocidade de deslizamento de 1 mm/s acionada por um driver. A ponta esférica estava ligada a um braço que aplicava uma carga de 250g sobre a borracha e tinha sua força lateral medida por uma célula de carga cujo sinal era obtido por uma placa de aquisição com uma taxa de aquisição de 10Hz.

Figura 25 - Ensaio de atrito do par tribológico zircônia/silicone



Fonte: Elaborada pelo autor

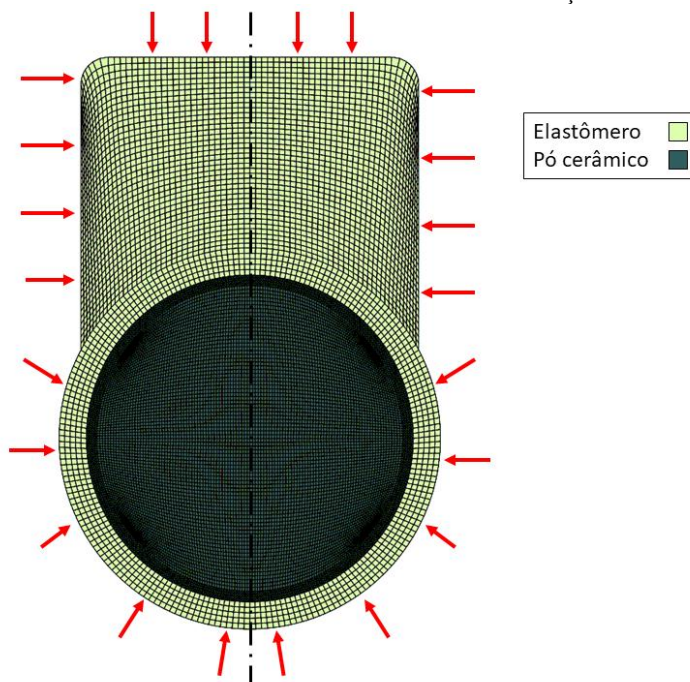
3.5 Simulação em elementos finitos

Para a simulação foi utilizado o solver implícito (Standard) do software. Como o problema apresenta axial (axisimétrico), foi modelada apenas uma seção representativa da esfera (nas figuras o resultado foi espelhado para melhor visualização do modelo). Foi considerado não haver movimento relativo entre matriz e a tampa e por simplificação foram consideradas como uma peça única. Isso reduz o modelo, evita problemas de convergência nas iterações de contato e reduz o tempo computacional (Figura 26).

Foi imposta uma restrição do movimento em um nó da tampa para evitar deslocamento de corpo rígido do modelo. O contato foi simulado adotando-se uma formulação geral de atrito utilizando o coeficiente de atrito de Coulomb obtido do ensaio de atrito.

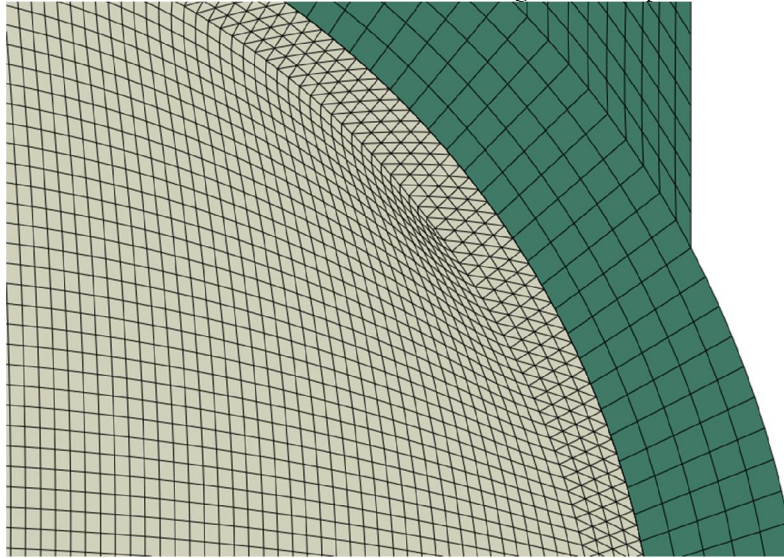
Inicialmente, foi definido o uso de elementos finitos do tipo contínuos axissimétricos devido a geometria do problema, com um elemento do tipo híbrido para a modelagem da matriz elastomérica devido a sua alta incompressibilidade. Dentre os elementos, geralmente são preferíveis os elementos de segunda ordem com geometria quadrilateral, quando não houver grandes distorções da malha. Mas devido à complexidade do contato, elementos de segunda ordem não são recomendados e dificultam a convergência desse tipo de simulação. Portanto, a malha do pó foi definida utilizando-se elementos CAX4R (contínuos axissimétricos lineares quadrilaterais com integração reduzida). Na superfície da esfera, foram utilizados elementos CAX (elementos axissimétricos lineares triangulares) (Figura 27). Para a borracha de silicone foi adotado o mesmo elemento com a diferença de ser um elemento híbrido (CAX4RH). Para compensar o uso de elementos lineares, uma malha mais refinada (mais elementos foi necessária).

Figura 26 – Seção transversal do molde mostrando a malha de utilizada na simulação em elementos finitos



Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 27 - Detalhe da malha evidenciando elementos triangulares na superfície da esfera



Fonte: Elaborada pelo autor

Ocorreram muitos problemas com a convergência da simulação associados com as não linearidades devido ao contato. A simulação não convergia nas etapas finais da descompressão, quando a parede do molde se desprendia da peça, devido ao alto número de descontinuidades nos pontos de contato. Por essa razão, a simulação foi dividida em três etapas. A primeira da compressão até 210 MPa, a segunda da descompressão até 2 MPa. Por último, assumiu-se que, como a pressão era menor que a coesão do material d calculada, a descompressão final ocorria livre de forma puramente elástica. Para tanto, o campo de tensões do fim da segunda etapa foi exportado como condição inicial para um novo modelo em que o material continha apenas comportamento elástico e permitiu-se a descompressão livre (simulando o final da descompressão quando a esfera perde o contato com a matriz de borracha silicone).

3.6 Microscopia

Uma seção central da esfera foi cortada, infiltrada com resina, polida e levada ao forno para retirada da resina. Depois de eliminada a resina, a peça foi recoberta com carbono. Esse processo foi utilizado para visualizar a seção transversal em microscópio eletrônico de varredura (MEV) e analisar se havia diferenças consideráveis entre a superfície e o centro da esfera. Foram realizadas imagens com magnificação de 6.000x, 10.000x e 20.000x.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

4.1 Estudo da temperatura de queima

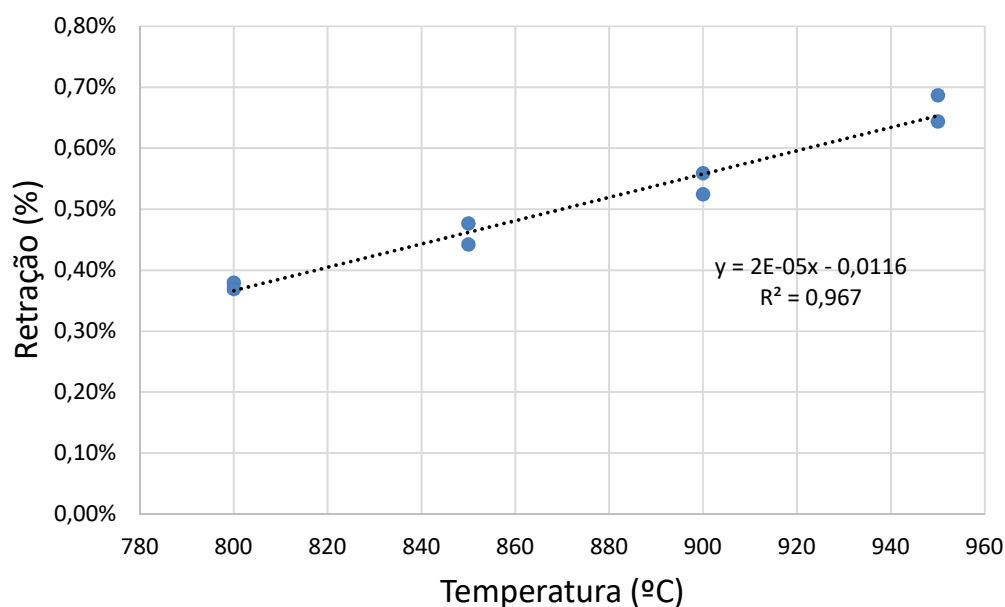
A retração para cada pastilha foi calculada (Tabela 2) e percebeu-se uma relação quase linear da retração com a temperatura (Figura 28).

Tabela 2-Retração, porosidade e temperatura de queima

Temperatura (°C)	Pastilha	Diâmetro inicial (mm)	Diâmetro após queima (mm)	Retração (%)	Porosidade aberta (%)
800	1	37.16	37.02	0.38%	57.9%
800	2	37.16	37.02	0.37%	57.2%
850	3	37.17	37.00	0.48%	57.9%
850	4	37.17	37.00	0.44%	57.7%
900	5	37.17	36.96	0.56%	57.4%
900	6	37.17	36.97	0.52%	57.4%
950	7	37.14	36.88	0.69%	57.1%
950	8	37.14	36.90	0.64%	56.9%

Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 28 – Retração x Temperatura de queima



Fonte: Elaborada pelo autor

Após estes ensaios foi decidida a queima das esferas na temperatura 900°C, pois esta temperatura se mostrou com pequena retração (0,54%) e ainda resistiu ao manuseio e medidas

de densidade. A temperatura de 950°C apresentou uma retração maior e próxima de 0,7% e com densidade muito similar a obtida a 900°C, não justificando sua escolha. Na região de 65% da temperatura de sinterização foi encontrado um boa relação e compromisso entre resistência mecânica mínima para corte, medição de densidade através de imersão e baixa (quase nula) retração linear, o que sinaliza baixo ruído nas medições de gradiente de densidade.

As duas pastilhas prensadas isostaticamente após a pré queima apresentaram dilatação de 0,45% e 0,39%. Um resultado curioso, tendo em vista que as pastilhas prensadas uniaxialmente apresentaram retração, o que é esperado durante a pré queima.

Essa dilatação pode ser explicada pelo alívio de tensões da peça após a prensagem. Com a pré-queima, a pastilha recuperou parte da deformação sofrida e dilatou-se. A retração ocorrida devido à pré-queima foi menor que a recuperação da peça, resultando em uma dilatação na dimensão final. Como a diferença entre a pressão de compactação entre os dois métodos é grande (4MPa e 200 MPa), a prensagem isostática gera uma compactação maior e que por isso a retração durante a pré queima nessa temperatura é muito pequena. Esse resultado é interessante para a pesquisa, pois indica que a operação de pré-queima pouco alterou a densidade da peça, objeto do estudo.

4.2 Esferas cerâmicas

Foram obtidas duas esferas por prensagem isostática no molde projetado. Após a queima foram medidos novamente os diâmetros médios e a massa. Resultados apresentados na Tabela 3. Ambas sofreram uma perda de massa de 0,6% e uma dilatação linear de aproximadamente 0,1%.

Tabela 3- Medição das esferas prensadas antes e após a pré queima

	Esfera 1		Esfera 2	
	Antes da queima	Depois da queima	Antes da queima	Depois da queima
Diâmetro médio (mm)	46,31	46,38	45,81	45,84
Massa (g)	160,8006	159,8642	149,6723	148,8130

Fonte: Elaborada pelo autor

Um fato interessante observado em uma das esferas foi a presença de defeito superficial (Figura 29). Esse defeito aparenta ter sido causada pelo atrito entre a parede do molde e a esfera, provavelmente durante a etapa de descompactação.

medição da densidade através de outras técnicas que permitam uma avaliação mais precisa do valor da densidade assim como uma discretização em regiões menores, permitindo uma melhor definição do gradiente de densidade.

4.4 Parâmetros da modelagem

Como resultado dos vários ensaios mecânicos foram calculados os parâmetros necessários para a modelagem tanto do pó cerâmico, como da matriz elastomérica e o atrito entre ambos.

4.4.1 Calibração do modelo do pó cerâmico

Os parâmetros obtidos dos resultados dos ensaios de compressão uniaxial e diametral estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 – Resultados dos ensaios de compressão uniaxial e diametral

Variável	Valor
σ_c^f	14,73 MPa
σ_d^f	1,28 MPa
β	68,135°
d	2,4947 MPa

Fonte: Elaborada pelo autor

β e d podem variar com a densidade. O parâmetro β não apresenta grandes variações com a densidade como observado em outros trabalho na literatura (HAN et al., 2008). Quanto ao valor de d , que representa a coesão do material, intuitivamente é esperado que seja zero para o pó não compactado aumentando com o progresso da compactação conforme as partículas são aglomeradas. Apesar da grande variação relativa no seu valor, a influência de d no resultado da simulação é pequena, já que ele é relativamente bem menor que as tensões atuantes. O valor de d calculado a partir dos resultados dos ensaios (2,495 MPa) não estava condizente com a condição no início da compactação e gerou problemas numéricos no software no início da simulação. Para contornar esta dificuldade, um valor $d = 0,001$ MPa foi adotado sob a hipótese de que não alteraria de forma significativa os resultados.

Os valores dos parâmetros do modelo do pó cerâmico utilizados na simulação estão resumidos na Tabela 5.

Tabela 5- Parâmetros do pó cerâmico utilizados na simulação

β	d	α	R	$\varepsilon_{vol}^{pl} _0$	E	ν
68,135°	1 kPa	0,03	0,827	0	2794 MPa	0,2

Fonte: Elaborada pelo autor

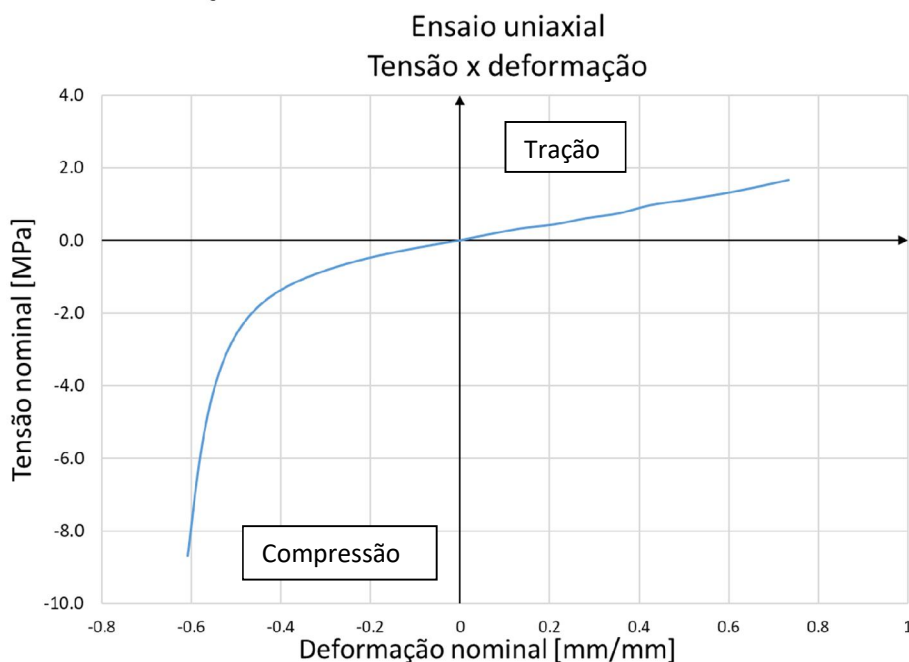
A curva de encruamento do material obtida experimentalmente foi ajustada por uma relação exponencial (Equação 33), tendo um coeficiente de determinação R^2 igual a 0,9955.

$$p_b = 0,369e^{(9,947 \cdot \varepsilon_{vol}^{pl})} \quad (\text{Eq. 33})$$

4.4.2 Calibração do modelo da borracha de silicone

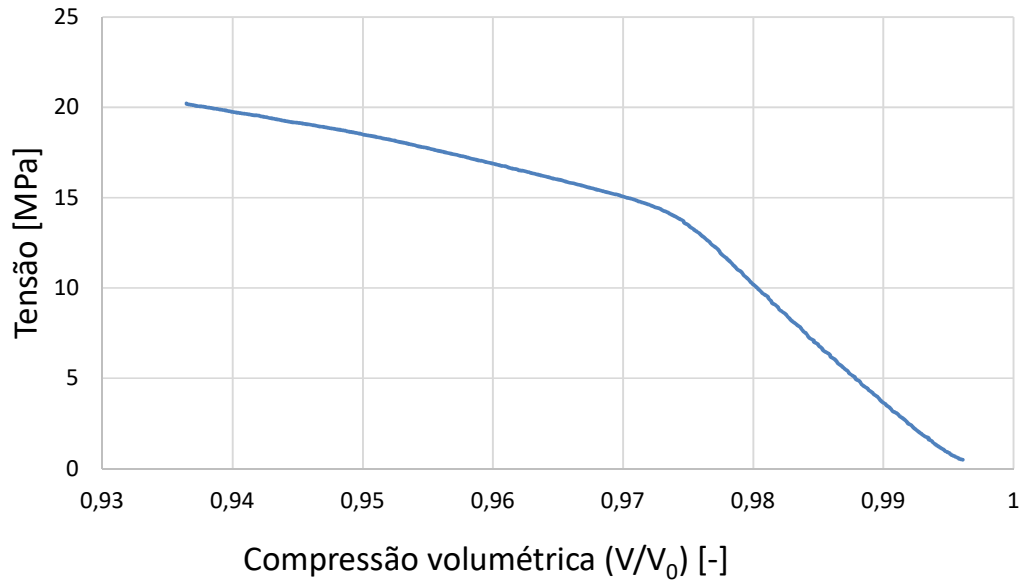
Os ensaios de tração e compressão uniaxiais foram combinados em uma única curva apresentada na Figura 31. O ensaio de compressão volumétrico é apresentado na Figura 32.

Figura 31 - Ensaio uniaxial: Tensão x Deformação



Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 32 - Ensaio de compressão volumétrica: Tensão x Compressão



Fonte: Elaborada pelo autor

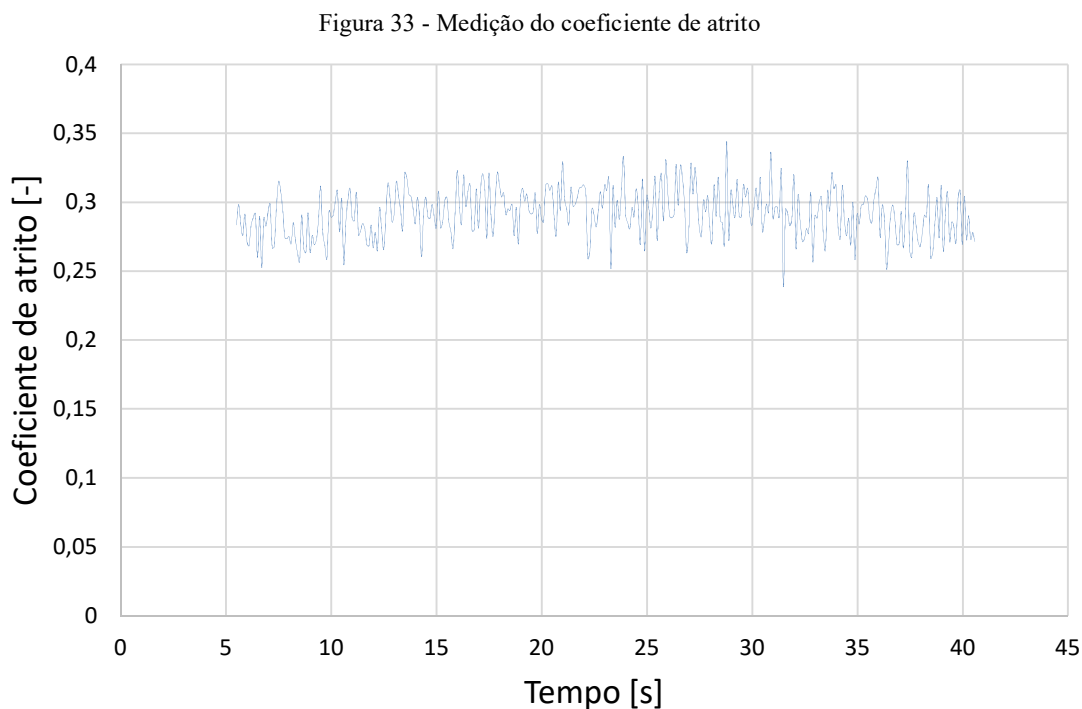
A escolha do modelo de van der Waals se deu em razão deste apresentar maior similaridade com os experimentos, maior estabilidade numérica e ter uma formulação baseada em uma interpretação física da hiperelasticidade dos materiais. Os parâmetros ajustados do modelo estão apresentados na Tabela 6. Um destaque importante para o coeficiente B igual a zero. Quando este requisito é atendido, o modelo de van der Waals oferece uma interpretação física que resulta em uma melhor previsão de estados de deformações gerais quando os parâmetros são baseados em apenas um, ou poucos ensaios (SIMULIA, 2104a, cap. 22.5; SIMULIA, 2014b, cap. 10).

Tabela 6 - Parâmetros do elastômero utilizados na simulação

Parâmetro	G	λ_m	a	B	D
Valores	0,642 MPa	2,812	1.021	0	1.168E-02 MPa ⁻¹

4.4.3 Calibração do coeficiente de atrito

O resultado do ensaio de atrito está apresentado na Figura 33.



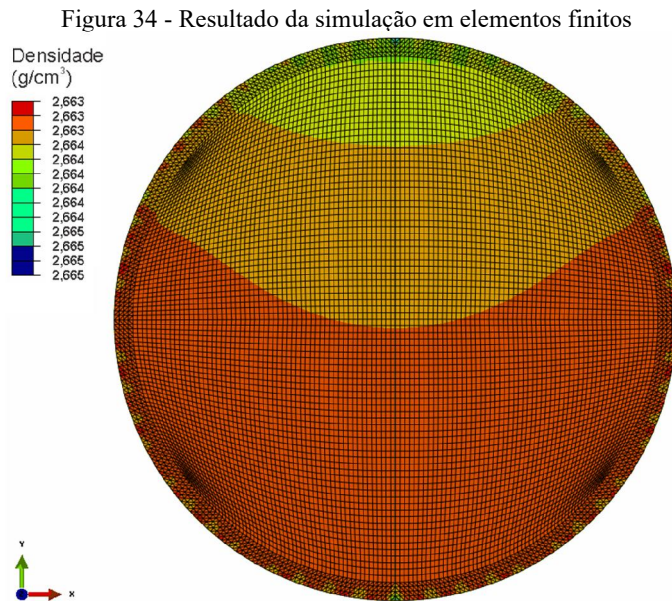
Fonte: Elaborada pelo autor

O coeficiente de atrito foi obtido pela média do valor obtido entre os instantes 10 e 35s, desprezando o início e fim do movimento. Foi adotado o coeficiente de atrito dinâmico médio $\mu=0,3$. Apesar das condições do ensaio diferirem da situação real, o ensaio serve para estimar o coeficiente de atrito utilizado na simulação. O ideal seria tentar aproximar mais da condição real da prensagem, no entanto o método utilizado tem como grande vantagem a simplicidade e repetibilidade.

4.5 Resultados da simulação em elementos finitos

O resultado da simulação está apresentado na Figura 34. O diâmetro da peça na simulação após a descompressão foi de 48,5 mm. Com isso foi observado uma ótima aproximação entre o modelo por elementos finitos e os ensaios experimentais, sendo que a peça real apresentou dimensão linear 46,4 mm, apenas 4,3% menor que o obtido na simulação. Uma

possível explicação para essa pequena diferença pode ser o efeito do tempo na compactação. O tempo de patamar (2 minutos) na máxima pressão (210 MPa) pode ser o responsável pela maior densificação experimental da esfera. É possível implementar modelos de escoamento dependente do tempo no software ABAQUS®, evidenciando um caminho para pesquisas futuras na área de simulação de pós.



Fonte: Elaborado pelo autor

A diferença maior nos valores de densidade em relação aos obtidos experimentalmente pode ser explicado pelo fato de que o erro na dimensão linear é elevado ao cubo quando se avalia a densidade, pois esta é dependente do volume (o erro da densidade é de aproximadamente 10%). A variação máxima da densidade na simulação foi ainda menor que no experimento: 0,001 g/cm³. O efeito do atrito fica evidente ao se observar que as maiores variações se encontram localizadas na camada mais superficial. É justamente na região superficial que ocorreram lascamentos (Figura 29 – pág. 59). Esse resultado destaca a importância da utilização de lubrificantes e pares de materiais com menores coeficientes de atrito. Como o molde da esfera apresenta geometria simples, a otimização do projeto deve ser direcionada aos materiais constituintes e aditivos lubrificantes no sentido de diminuir os atritos interpartículas e com a parede do molde

Levando em consideração que as maiores não uniformidades ocorrem na superfície, uma proposta para otimização da manufatura é pela usinagem à verde da esfera. Este processo é extremamente benéfico, pois remove material exatamente das regiões com maiores diferenças

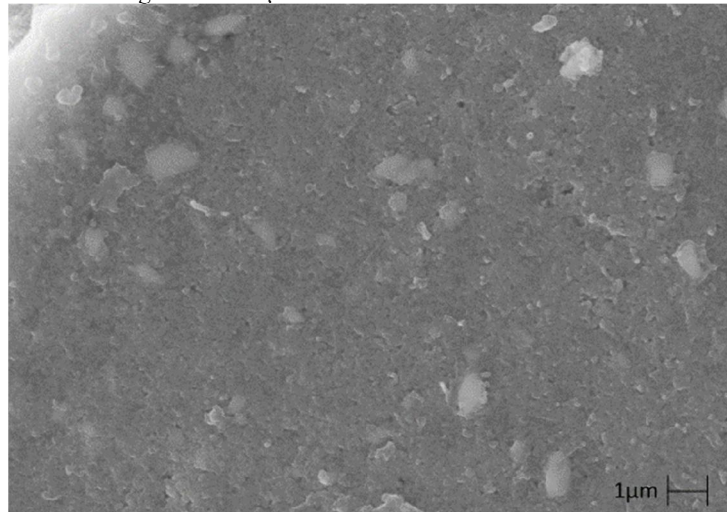
de densidade, antes da sinterização, evitando a promoção e crescimento de trincas, além de melhorar os aspectos dimensionais e superficiais.

4.6 Imagens obtidas por microscopia

As figuras 35 a 37 foram obtidas de uma única seção da esfera analisada em microscópio de eletrônico de varredura com ampliação de 20.000 vezes. A figura 35 a imagem obtida na borda da seção da esfera. A figura 36 é a imagem obtida a uma profundidade de 0,5 mm em relação à borda. A figura 37 foi obtida no centro da esfera.

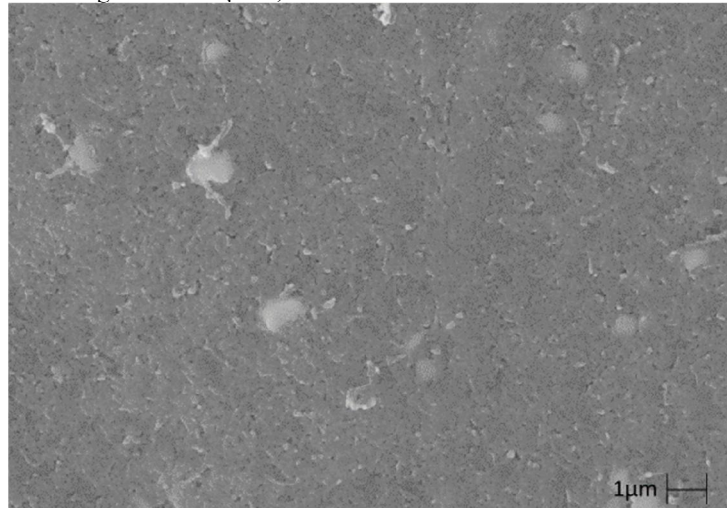
Fazendo a comparação visual das imagens, é possível notar que a seção mais exterior é a menos homogênea (há várias manchas escuras indicando a presença de porosidade). A segunda imagem, deslocada apenas 0,5 mm em relação a borda já apresenta uma homogeneidade significativamente melhor que na borda, evidenciando assim que os efeitos do atrito na não uniformidade da compactação é um fenômeno superficial com pouca penetração no interior da peça.

Figura 35 – Seção da borda vista no MEV



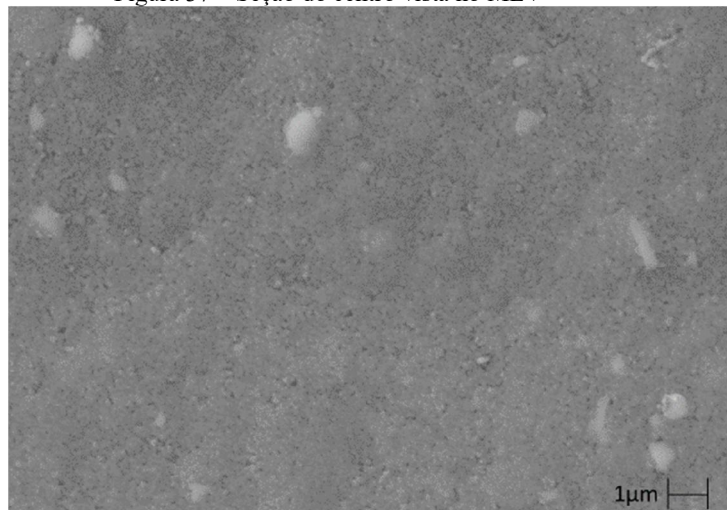
Fonte: Elaborada pelo autor

Figura 36 – Seção 0,5 mm da borda vista no MEV



Fonte: Elaborado pelo autor

Figura 37 – Seção do centro vista no MEV



Fonte: Elaborado pelo autor

5 CONCLUSÕES

A densificação de esferas cerâmicas prensadas isostaticamente se mostrou de grande homogeneidade, confirmada pelas medições experimentais e simulação em elementos finitos com uma diferença máxima de 0,3%/mm. A utilização de softwares de elementos finitos se reafirma como excelente ferramenta para predição da conformação de peças e otimização de moldes.

A prensagem de pó de zircônia sem adição de aditivos foi bem-sucedida, porém a máxima não uniformidade foi encontrada na região da superfície e subsuperfície, devido ao atrito entre partículas e elastômero. Também foi nessa região que foram encontrados defeitos visíveis como lascamentos após descompressão. Este aspecto destaca a importância da lubrificação e a aplicação do processo de usinagem à verde para remoção desta região (superfície e subsuperfície) não conforme, antes da sinterização.

Como sugestão de trabalhos futuros, é indicada uma avaliação da mudança de parâmetros da simulação como materiais e lubrificantes e seu posterior impacto no gradiente de densidade. Também é sugerido a aplicação da metodologia em geometrias mais complexas em que a simulação por elementos finitos seria ainda mais crucial na otimização da geometria do molde.

REFERÊNCIAS

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM C373-88/06**: Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products. 1988.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D412-06**: Standard Test Methods for Vulcanized Rubber and Thermoplastic Elastomers–Tension. 2006.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. **ASTM D575-91**: Standard Test Methods for Rubber Properties in Compression. 2001.

AYDIN, I.; BRISCOE, B. J.; ŞANLITÜRK, K. Y. The internal form of compacted ceramic components: A comparison of a finite element modelling with experiment. **Powder Technology**, v. 89, n. 3, p. 239–254, 1996.

BÍBLIA, N. T. João. In BÍBLIA. Português. A Bíblia Sagrada. Tradução de João Ferreira de Almeida. Revista e Atualizada no Brasil. 2ª ed. Barueri - SP: Sociedade Bíblia do Brasil, 1999.

BUKVIC, G.; SANCHEZ, L. E. A.; FORTULAN, C. A.; FIOCCHI, A. A.; MARINESCU, D. **Green machining oriented to diminish density gradient for minimization of distortion in advanced ceramics**. 2012 *Machining Science and Technology: An International Journal*, 16:2, 228-246

CANTO, R. B. **Projeto e fabricação de moldes para prensagem isostática utilizando tecnologias CAD/CAE e prototipagem rápida**. 2002. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) - Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2002. Disponível em:
<<http://www.teses.usp.br/teses/disponiveis/18/18135/tde-17032003-134931/>>. Acesso em: 2015-03-19.

DALLACOSTA, D. A. B. **Desenvolvimento de um simulador universal para ensaio de desgaste em próteses de quadril**. 2011. 132f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro Tecnológico, Florianópolis, 2011. Disponível em:
<<https://repositorio.ufsc.br/bitstream/handle/123456789/95711/299947.pdf?sequence=1>>. Acesso em: 09 abr. 2015

DELCOLLE, R.; FONTES, S.R: **Projeto e manufatura de membranas cerâmicas via prensagem isostática para separação de emulsões óleo vegetal/água por microfiltração tangencial**. 2010. 149f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo, São Carlos 2010.

FORTULAN, C.A.; PEDROSO, M. P. G.; PENAZZI, L. A.; PURQUERIO, B. M. **Prensa isostática de vasos gêmeos: projeto**. *Cerâmica* (São Paulo. Impresso), v. 60, p. 199-204, 2014.

HAN, L. H.; ELLIOTT, J. A.; BENTHAM, A. C.; MILLS, A.; AMIDON, G. E.; HANCOCK, B. C. A modified Drucker-Prager Cap model for die compaction simulation of pharmaceutical powders. **International Journal of Solids and Structures**, v. 45, n. 10, p. 3088–3106, 2008

KANG, J; HADFIELD, M., “A novel eccentric lapping machine for finishing advanced ceramic balls” **Journal of Engineering Manufacture**, Proceedings of Institution of Mechanical Engineers, Part B, Vol. 215, No. B6, 2001, pp. 781-795.

PEDROSO; M. P. G. **Projeto de máquina de usinagem à verde de esferas cerâmicas**: 2015. Dissertação de Mestrado em Engenharia Mecânica Escola de Engenharia de São Carlos - Universidade de São Paulo

REED, J.S. **Principles of ceramic processing**. 2nd ed. New York: Wiley-Interscience Publication, 1988

RICHERSON, D.W. **Modern ceramic engineering**: Properties, processing and use in design. 3rd ed. Boca Raton: Taylor e Francis Group, 2006.

SIMULIA, **Abaqus Analysis User's Guide**. Version 6.14, 2014.

SIMULIA, **Getting Started with Abaqus: Interactive Edition**. Version 6.14, 2014.

SINKA, I.C. Modelling Powder Compaction. **Knowledge Creation Diffusion Utilization**, v. 25, n. 25, p. 4–22, 2007.

SOUZA, M. M. **Estudo da forma e da rugosidade em próteses ortopédicas de quadril**. 2011. 129 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Rio de Janeiro: Instituto Alberto Luiz Coimbra, Universidade Federal do Rio de Janeiro, 2011. Disponível em: <http://objdig.ufrj.br/60/teses/coppe_d/MarcosMottaDeSouza.pdf>. Acesso em: 09 abr. 2015

WREGGE, P. A. S. **Metodologia para a obtenção de esferas de cerâmica para próteses de quadril**. 2000. 186 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, 2000.

WU, C. Y.; RUDDY, O. M.; BENTHAM, A. C.; HANCOCK, B. C.; BEST, S. M.; ELLIOTT, J. A. Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction. **Powder Technology**, v. 152, n. 1-3, p. 107–117, 2005.

ZIENKIEWICZ, O. C.; TAYLOR, R. L. **The finite element method**: volume 1 – The Basis. 5th Ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2000.

ZIPSE, H. Finite-element simulation of the die pressing and sintering of a ceramic component. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 17, n. 14, p. 1707–1713, 1997.