

**MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**

**Escola de Engenharia**

**Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica  
e de Materiais**

**PPGEM**

**APLICAÇÃO DE MÉTODOS DE ULTRA-SOM PARA AVALIAÇÃO E  
CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE MATERIAIS CERÂMICOS À  
BASE DE ALUMINA E SUA ASSOCIAÇÃO COM PROPRIEDADES MECÂNICAS**

**Felipe Amorim Berutti**

**TESE PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR EM ENGENHARIA**

**Porto Alegre**

**2004**

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL**  
**ESCOLA DE ENGENHARIA**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA DE MINAS,**  
**METALÚRGICA E DE MATERIAIS - PPGEM**

**APLICAÇÃO DE MÉTODOS DE ULTRA-SOM PARA AVALIAÇÃO E**  
**CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA DE MATERIAIS CERÂMICOS À**  
**BASE DE ALUMINA E SUA ASSOCIAÇÃO COM PROPRIEDADES MECÂNICAS**

**Felipe Amorim Berutti**

Engenheiro Químico  
Químico

Trabalho realizado no Departamento de Materiais da Escola de Engenharia da UFRGS, dentro do Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais – PPGEM, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Doutor em Engenharia.

Área de Concentração: Ciência e Tecnologia dos Materiais

Porto Alegre

2004

Esta tese foi julgada para obtenção do título de Doutor em Engenharia, na área de concentração de Ciência e Tecnologia dos Materiais e aprovada em sua forma final, pelo Orientador e pela Banca Examinadora do Curso de Pós-Graduação.

Orientador: Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann

BANCA EXAMINADORA:

Prof. Dr. Luís Carlos Pinto da Silva Filho

Prof. Dr. Afonso Reguly

Prof. Dr. Irionson Antônio Bassani

Prof. Dr. Carlos Arthur Ferreira

Coordenador do PPGEM

*Para Annelise,  
minha dedicada esposa.*

## AGRADECIMENTOS

À Annelise que durante a realização deste trabalho foi amiga, bolsista, namorada, colega, noiva, co-orientadora e esposa, mais ou menos nesta ordem, e a quem eu devo muito mais do que eu posso pagar.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Carlos Pérez Bergmann, com quem convivo já há algum tempo e com quem tenho tido o prazer de trabalhar nos últimos anos.

À colega Tania Maria, que entrou na mesma época que eu no LACER, e me ajudou a descascar muitos abacaxis enquanto desenvolvíamos uma sólida amizade.

Ao amigo João Marcos que infelizmente não gosta de jogar futebol (ninguém é perfeito).

Aos amigos do LACER Daniela, Juliane, Caio, Antônio, Márcio, Hugo, Zé e a todos os demais membros que fazem do Laboratório um excelente ambiente de trabalho.

Aos meus familiares.

Aos componentes da banca examinadora.

Aos funcionários e professores do PPGEM.

Ao CNPq, Copesul e LACER pelo apoio material que possibilitou a realização deste trabalho.

# SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>LIMITAÇÕES DO TRABALHO DE PESQUISA</b>	<b>5</b>
<b>4</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b>	<b>6</b>
4.1	MATERIAIS CERÂMICOS	6
4.1.1	<i>Principais propriedades dos materiais cerâmicos</i>	8
4.1.2	<i>Tratamento estatístico</i>	26
4.1.3	<i>Processamento cerâmico</i>	31
4.2	ULTRA-SOM	34
4.2.1	<i>Principais variáveis da técnica de ultra-som</i>	37
4.2.2	<i>Apresentação dos resultados de ensaios pulso-eco</i>	46
4.2.3	<i>Ultra-som sem contato</i>	50
4.3	ULTRA-SOM E MATERIAIS CERÂMICOS	52
4.3.1	<i>Medidas de velocidade</i>	53
4.3.2	<i>Medidas de atenuação</i>	55
4.3.3	<i>Caracterização HL</i>	59
<b>5</b>	<b>PARTE EXPERIMENTAL</b>	<b>61</b>
5.1	MATERIAIS	61
5.2	MÉTODOS	62
5.2.1	<i>Preparação dos corpos cerâmicos</i>	62
5.2.2	<i>Conformação do material</i>	62
5.2.3	<i>Sinterização</i>	62
5.3	CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS	62
5.3.1	<i>Resistência mecânica à flexão e tenacidade à fratura</i>	62
5.3.2	<i>Ensaio de ultra-som</i>	64
5.3.3	<i>Resistência ao choque térmico</i>	66
5.3.4	<i>Porosidade aparente</i>	67
5.3.5	<i>Densidade aparente</i>	68
5.3.6	<i>Dilatação térmica linear</i>	68
5.3.7	<i>Análises da microestrutura</i>	69
5.4	ERRO DAS MEDIDAS EXPERIMENTAIS	70

<b>6</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÃO</b>	<b>71</b>
6.1	CONTROLE DA DENSIFICAÇÃO	71
6.1.1	<i>Medida da velocidade da onda ultra-sônica</i>	71
6.1.2	<i>Medida da atenuação da onda ultra-sônica</i>	78
6.1.3	<i>Parâmetro Hull-Langton</i>	81
6.2	RESISTÊNCIA MECÂNICA	84
6.2.1	<i>Módulo de Weibull</i>	90
6.2.2	<i>Cálculo do defeito controlador (crítico)</i>	93
6.3	CHOQUE TÉRMICO	96
6.4	MÓDULO DE ELASTICIDADE	102
<b>7</b>	<b>CONCLUSÕES</b>	<b>108</b>
<b>8</b>	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b>	<b>110</b>
<b>9</b>	<b>REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS</b>	<b>111</b>
	<b>ANEXO A</b>	<b>119</b>
	<b>ANEXO B</b>	<b>128</b>
	<b>ANEXO C</b>	<b>137</b>
	<b>ANEXO D</b>	<b>150</b>

## Índice de Tabelas

Tabela 4.1 – Exemplos de aplicações de materiais cerâmicos técnicos <sup>[3]</sup> . _____	7
Tabela 4.2 – Sumário das correlações entre o módulo de elasticidade e a porosidade. _____	21
Tabela 4.3 – Estimadores para probabilidade de fratura. _____	30
Tabela 4.4 – Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização <sup>[50]</sup> . _____	33
Tabela 4.5 – Propriedades acústicas de alguns materiais <sup>[60]</sup> . _____	46
Tabela 5.1 – Análise química por fluorescência de raios X do material cerâmico à base de alumina utilizado neste trabalho. _____	61
Tabela 6.1 – Parâmetros Hull-Langton dos corpos cerâmicos à base de alumina para as diferentes temperaturas de sinterização investigadas. _____	83
Tabela 6.2 – Valores dos módulos de Weibull, aplicados aos valores de resistência mecânica e ao coeficiente de atenuação e velocidade de propagação da onda ultra-sônica foram calculados para cada temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos investigados. _____	91
Tabela 6.3 – Cálculo de $K_{IC}$ corpos-de-prova de prova com entalhe. _____	94
Tabela 6.4 – Resistência mecânica e espessura dos corpos-de-prova que não receberam entalhe. _____	95
Tabela 6.5 – Cálculo de $c_0$ . _____	95
Tabela 6.6 - Valores médios do coeficiente de atenuação e da resistência mecânica para diferentes temperaturas de choque térmico. _____	99
Tabela 6.7 – Temperatura de choque térmico e tamanho médio de defeito controlador final estimado. _____	100
Tabela 6.8 - Valores utilizados para confecção do diagrama de Hasselman. _____	101



## Índice de Figuras

Figura 4.1 - Representação esquemática do comportamento genérico da curva tensão x deformação para metais e materiais cerâmicos. _____	9
Figura 4.2 - Representação esquemática de um cristal biatômico. _____	9
Figura 4.3 – Distribuição parabólica da temperatura em uma seção plana de um corpo de espessura <b>b</b> submetido a um choque térmico. (A) região de compressão; (B) região de tração. ____	13
Figura 4.4 – Curvas de Hasselman indicando a mínima tensão térmica requerida para iniciar a propagação de trincas em função do tamanho e densidade volumétrica dos defeitos iniciais <sup>[16]</sup> . _____	18
Figura 4.5 – Resistência residual a temperatura ambiente de (a) Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> e (b) SiC após resfriamento brusco em água com função da diferença de temperatura <sup>[20]</sup> . _____	19
Figura 4.6 - Variação da velocidade de crescimento da trinca em função do fator de intensidade de tensão para materiais cerâmicos em ambientes corrosivos. _____	23
Figura 4.7 - Modelo de reação química de H <sub>2</sub> O e sílica amorfa induzida por tensão. _____	24
Figura 4.8 – Formas da distribuição Gaussiana ou Normal. _____	27
Figura 4.9 – Fluxograma genérico das etapas de fabricação de materiais cerâmicos. _____	31
Figura 4.10 – Mecanismos de sinterização <sup>[7]</sup> . _____	33
Figura 4.11 - Construção de um transdutor ultra-sônico. _____	35
Figura 4.12 - Acoplamentos para ensaio de ultra-som. _____	36
Figura 4.13 – Representação esquemática de uma onda ultra-sônica longitudinal <sup>[59]</sup> . _____	38
Figura 4.14 – Representação esquemática de uma onda ultra-sônica transversal <sup>[59]</sup> . _____	39
Figura 4.15 – Representação esquemática da onda ultra-sônica superficial <sup>[59]</sup> . _____	39
Figura 4.16 – Representação esquemática da onda ultra-sônica de placa <sup>[59]</sup> . _____	40
Figura 4.17 – Representação esquemática de um A-scan para um ensaio de ultra-som pulso-eco típico. _____	48
Figura 4.18 – Representação esquemática de um ensaio de inspeção por ultra-som típico utilizando a técnica B-scan. _____	49
Figura 4.19 - Representação esquemática de um ensaio de inspeção por ultra-som utilizando a técnica C-scan. _____	50
Figura 4.20 – Principais formas de geração de ultra-som por laser: (a) regime termoelástico; (b) momento transmitido na evaporação <sup>[33]</sup> . _____	51
Figura 4.21 - Relação linear da velocidade de ultra-som em função da densidade do corpo cerâmico, sugerida por Bhardwaj et alli <sup>[67]</sup> para uma alumina à verde e uma alumina sinterizada submetidas ao ensaio por ultra-som. _____	54
Figura 4.22 – Representação esquemática do equipamento desenvolvido para manter a pressão de acoplamento constante <sup>[78]</sup> . _____	57
Figura 4.23 – Medida do coeficiente de atenuação por ajuste exponencial sobre o espectro RF <sup>[64]</sup> . _	58

Figura 5.1 - Fluxograma da metodologia proposta. _____	61
Figura 5.2 - Representação esquemática do ensaio de flexão a quatro pontos. _____	63
Figura 5.3 - Representação esquemática do corpo-de-prova preparado para ensaio determinação da tenacidade à fratura $K_{Ic}$ . _____	64
Figura 5.4 - Representação esquemática do ensaio de ultra-som por pulso-eco utilizado. _____	64
Figura 5.5 – Espectro obtido no equipamento e o resultado do tratamento da imagem. _____	65
Figura 5.6 – Exemplo de cálculo do coeficiente de atenuação. _____	66
Figura 5.7 – Representação esquemática da metodologia utilizada para realização do choque térmico. _____	67
Figura 5.8 - Dilatação térmica linear de corpo-de-prova sinterizado a 1600°C. _____	69
Figura 6.1 – Velocidade do ultra-som em função da temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas. _____	71
Figura 6.2 – Variação da porosidade aparente e da velocidade ultra-sônica médias com a temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas. _____	73
Figura 6.3 - Correlação parabólica entre densidade e velocidade medidas para todos os corpos cerâmicos (378 pontos). _____	74
Figura 6.4 - Regressão linear e regressão quadrática aplicadas aos dados experimentais obtidos por Bhardwaj <sup>[67]</sup> para corpos cerâmicos à base de alumina. _____	75
Figura 6.5 - Velocidade do ultra-som em função da pressão de compactação utilizada na prensagem dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas. _____	76
Figura 6.6 - Variação da pressão de compactação na prensagem dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. _____	77
Figura 6.7 – Atenuação do ultra-som em função da temperatura de sinterização a que foram submetidos os corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas. _____	78
Figura 6.8 – Número de picos detectados no ensaio de ultra-som para as várias temperaturas de sinterização (4MHz). As barras horizontais indicam os valores máximos e mínimos encontrados para cada temperatura. _____	80
Figura 6.9 - Atenuação do ultra-som em função da pressão de compactação. As barras horizontais indicam o desvio padrão das medidas. _____	81
Figura 6.10 – Ensaio com transdutores de 2 e 4 MHz: a) medida da velocidade ultra-sônica; b) medida do coeficiente de atenuação. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas. _____	82

Figura 6.11 – Porosidade aparente em função do Índice HL para o material cerâmico à base de alumina.	84
Figura 6.12 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.	85
Figura 6.13 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo a variação da pressão de compactação durante a prensagem (1300 °C). As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.	87
Figura 6.14 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo os corpos cerâmicos queimados com 1, 2, 4 e 8 ciclos de queima industrial.	88
Figura 6.15 – Micrografias dos corpos cerâmicos submetidos a 1, 2, 4 e 8 queimas.	88
Figura 6.16 – Coeficiente de atenuação da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo os corpos cerâmicos queimados com 1, 2, 4 e 8 ciclos de queima industrial.	90
Figura 6.17 – Valores do módulo de Weibull obtidos para as medidas de resistência mecânica, coeficiente de atenuação e velocidade ultra-sônica dos corpos cerâmicos, em função da temperatura de sinterização.	91
Figura 6.18 – Simulação da equação proposta para variação da resistência mecânica em função da atenuação e da velocidade das ondas ultra-sônicas no material. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.	93
Figura 6.19 - Possibilidade de estimativa de vida útil e choque térmico crítico por meio de ultra-som.	94
Figura 6.20 – Resistência mecânica em função da temperatura de choque térmico para corpos cerâmicos sinterizados a 1450 °C.	96
Figura 6.21 - Velocidade do ultra-som nos corpos cerâmicos, antes e depois de submetidos a choque térmico.	97
Figura 6.22 – Atenuação do ultra-som nos corpos cerâmicos, antes e depois do choque térmico. Os pontos em vermelho correspondem aos valores de resistência mecânica dos corpos cerâmicos após choque térmico.	98
Figura 6.23 - Valores médios do coeficiente de atenuação e resistência mecânica para as diferenças de temperaturas de choque térmico aplicadas.	99
Figura 6.24 - Resultado do ensaio com líquido penetrante dos corpos-de-prova submetidos a choque térmico.	100
Figura 6.25 – Gráfico de Hasselman para o material sinterizado a 1450°C (log x log).	101
Figura 6.26 – Simulação para as equações de dependência do módulo de elasticidade com a porosidade.	103

- Figura 6.27 – Micrografias obtidas com aumento de 500x em MEV dos corpos cerâmicos sinterizados a 1100°C, 1300°C e 1500°C. \_\_\_\_\_ 104
- Figura 6.28 – Comparação entre o módulo de elasticidade medido através da técnica de ultra-som e o calculado a partir das constantes de ajuste para as equações selecionadas. \_\_\_\_\_ 105
- Figura 6.29 – Micrografia obtida com aumento de 84x em MEV de um corpo cerâmico sinterizado a 1100°C. \_\_\_\_\_ 107

## Principais convenções utilizadas

$\alpha$  - coeficiente de atenuação ultra-sônica e coeficiente de dilatação térmica;

V - velocidade do ultra-som;

$\lambda$  - comprimento de onda;

f - frequência;

Obs.: os índices de referências bibliográficas estão grafados em negrito quando aparecem pela primeira vez no texto.

E - Módulo de elasticidade;

$\mu$  - coeficiente de Poisson;

$\rho$  - densidade;

$\sigma$  - tensão aplicada;

$K_I$  - fator de intensidade de tensão;

$\gamma$  - energia de fratura;

Y - fator de forma da mecânica da fratura linear-elástica;

W - espessura do corpo-de-prova (percurso do ultra-som);

D - diâmetro médio dos cristais;

c - tamanho do defeito controlador;

Z - impedância acústica;

T - temperatura;

A - intensidade da onda ultra-sônica;

H - difusividade térmica;

N - número de defeitos por unidade de volume;

B - largura do corpo-de-prova;

L - comprimento do corpo-de-prova;

LEFM - mecânica da fratura linear-elástica;

RF - radiofrequência.

## RESUMO

O objetivo deste trabalho foi investigar a aplicação de métodos de ultra-som para avaliação e caracterização da microestrutura de materiais cerâmicos à base de alumina e sua associação com as propriedades mecânicas destes materiais.

Para tanto, foram conformados por prensagem uniaxial corpos cerâmicos contendo 94,3% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Os corpos cerâmicos foram sinterizados em forno de resistência elétrica em temperaturas que variaram entre 1100 e 1600 °C. A resistência mecânica e o  $K_{Ic}$  foram determinados por ensaios de flexão a quatro pontos. Para medir a resistência ao dano por choque térmico, os corpos cerâmicos foram colocados em um forno pré-aquecido na temperatura de teste e permaneceram nesta temperatura por 40 min, quando, então, foram resfriados bruscamente através da imersão dos corpos cerâmicos em água mantida a 0°C. A microestrutura dos corpos cerâmicos foi caracterizada por microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica.

Para os ensaios de ultra-som foram utilizados transdutores piezelétricos de 2 e 4 MHz de freqüência nominal. A imagem resultante foi tratada via *software* e utilizou-se um osciloscópio para padronização. Foram utilizados como parâmetros a velocidade da onda ultra-sônica e a sua atenuação.

Os resultados indicaram a correlação entre as propriedades acústicas do material com a sua microestrutura e com suas propriedades mecânicas, tais como, resistência mecânica, módulo de elasticidade e dano por choque térmico. Foi possível propor equações relacionando a resistência mecânica com a variação do coeficiente de atenuação e da velocidade de propagação das ondas ultra-sônicas. Sugere-se também a possibilidade de utilização do coeficiente de atenuação para a determinação da confiabilidade do material cerâmico e o seu uso para a estimativa de vida útil do material sob carga constante ou submetido a choque térmico.

## ABSTRACT

The aim of this thesis was studying the application of ultrasound methods for the evaluation and characterization of the microstructure of alumina ceramic materials and its association with the mechanical properties of these materials.

Therefore, ceramic bodies containing 94.3%wt of  $\text{Al}_2\text{O}_3$  were produced by uniaxial pressing. The sintering of the ceramic bodies was carried out in electric furnace at temperatures ranging from 1100 to 1600 °C. Mechanical strength and  $K_{Ic}$  were determined by four-point flexure tests. In order to measure the thermal shock strength degradation, the ceramic bodies were placed in a pre-heated furnace at test temperature and held at this temperature for 40 min. After that, they were quenched into water at 0 °C. The microstructure of the ceramic bodies was characterized by scanning electronic microscopy and optical microscopy.

Piezoelectric transducers with nominal frequencies of 2 and 4 MHz were used for the ultrasound tests. The resulting image was handled by software and an oscilloscope was used for standardization. Ultrasonic wave velocity and attenuation were used as parameters.

The results indicated the correlation among the acoustic properties of the material, its microstructure and, its mechanical properties, such as, mechanical resistance, Young's modulus and thermal shock strength degradation. It was possible to propose equations relating the variation of the mechanical resistance with the variation of the attenuation coefficient and of the velocity of propagation of the ultrasonic waves. It was also suggested the possibility of using the attenuation coefficient for determination of the reliability of the ceramic material and for estimate the material lifetime under constant load or submitted to a thermal shock.

# 1 INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos, mesmo os tradicionais, pelas suas propriedades características, têm sido cada vez mais requisitados como materiais de engenharia. Propriedades como alto ponto de fusão, alta resistência ao desgaste e inércia química, entre outras, fazem com que estes materiais encontrem aplicações nos mais diversos campos.

As propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos têm sido exaustivamente pesquisadas visando melhorar sua performance para aplicações onde, por exemplo, resistência mecânica a altas temperaturas, desgaste, abrasão e corrosão são necessárias. Novas alternativas de materiais cerâmicos para fazer frente a condições de serviço cada vez mais exigentes, fazem com que esses materiais assumam importância estratégica para a viabilização de projetos na Engenharia Moderna.

A alumina, óxido de alumínio, é um material cerâmico que apresenta propriedades, tais como, resistência mecânica, refratariedade, resistência química, dureza e baixas condutividades elétrica e térmica, que lhes são favoráveis, como conjunto de propriedades, quando se estabelece uma comparação com os metais, principalmente para aplicações em temperaturas elevadas <sup>[1]</sup>.

No entanto, as propriedades de interesse em um material não são obtidas apenas por suas características intrínsecas, mas também, através de processos de fabricação a que são submetidos, definindo sua microestrutura final. Assim, as etapas de conformação e sinterização, do processamento cerâmico, exercem um papel fundamental no desempenho em serviço dos produtos cerâmicos finais.

Inerente a estes processos é o surgimento dos chamados defeitos ou características, que podem comprometer o desempenho em serviço de materiais cerâmicos: descontinuidades, tais como, poros, trincas, rugosidade superficial, entre outros. Estas características microestruturais, generalizadas como defeitos, estão tão intrinsecamente ligados aos materiais cerâmicos que não se pode ignorá-las em qualquer projeto de Engenharia onde esses materiais estejam envolvidos. Módulo de elasticidade, resistividade térmica e elétrica, resistência ao choque térmico e resistência mecânica são bastante afetadas pela presença de defeitos. Além disso, a



natureza aleatória destes defeitos produz uma incerteza na medida destas propriedades, fazendo com que estes materiais apresentem variações, mais ou menos pronunciadas, nos valores obtidos para caracterizá-las, comprometendo sua confiabilidade como material de Engenharia. Por fim, as severas solicitações a que são submetidos os materiais cerâmicos em serviço podem acionar mecanismos que aumentam ou produzem defeitos ainda mais críticos, em geral levando a uma degradação das propriedades do material ao longo do tempo. Assim, as principais propriedades dos materiais cerâmicos podem ser relacionadas à morfologia, distribuição e extensão dos defeitos apresentados pelo corpo cerâmico.

O controle de qualidade *in situ* de corpos cerâmicos durante vários estágios da produção é crítico para as especificações de qualidade. O monitoramento apropriado e o entendimento do processo de sinterização são geralmente necessários para a obtenção da microestrutura cerâmica desejada. Os ensaios para determinação de propriedades mecânicas e microestruturais de cerâmicas pelos métodos convencionais são geralmente destrutivos e demorados. Na maioria dos casos, a principal preocupação é a caracterização da microestrutura final, já que os corpos cerâmicos não sinterizados são difíceis de manusear, devido a sua tênue resistência mecânica. Assim, ensaios não-destrutivos apresentam vantagens como métodos de avaliação da microestrutura/propriedades de materiais cerâmicos sem, no entanto, para isso comprometer sua integridade física.

Os métodos que utilizam ultra-som são bastante conhecidos e utilizados para avaliação de discontinuidades em materiais metálicos. No entanto, ainda não são de uso rotineiro para outros materiais. Isto se dá, em parte, devido à maior complexidade para aplicação destes métodos em materiais com uma grande quantidade e variedade de defeitos, como por exemplo, os materiais cerâmicos, quando comparados a metais e ligas.

A utilização de métodos de ultra-som para avaliação dos defeitos presentes em materiais cerâmicos, tanto na fase de fabricação como para acompanhamento de seu desempenho em serviço, apresenta uma série de vantagens em relação aos métodos tradicionais, por ser um ensaio não-destrutivo, que pode ser aplicado nas condições de serviço e é prático, rápido e de baixo custo.

A caracterização alternativa de materiais porosos pelo uso da técnica do ultra-som, requer um desenvolvimento teórico-prático que subsidie a relação entre a resposta do material à passagem da onda mecânica do ultra-som, considerando parâmetros como velocidade, atenuação da onda e características microestruturais, como fases presentes, tamanho, forma, orientação e a presença de descontinuidades, como poros e trincas. O domínio desta relação proporcionará a indispensável consistência para consolidação da técnica de ultra-som como método de avaliação não destrutiva de propriedades de materiais cerâmicos.

## **2 OBJETIVOS**

O objetivo deste trabalho é investigar a aplicação de métodos de ultra-som para avaliação e caracterização da microestrutura de materiais cerâmicos à base de alumina e sua associação com propriedades do comportamento mecânico destes materiais.

O desenvolvimento deste trabalho envolverá objetivos específicos, como:

- fabricação de corpos cerâmicos à base de alumina com controle de características microestruturais;
- estudo das relações entre velocidade e atenuação do ultra-som e as características microestruturais de corpos cerâmicos fabricados;
- determinação de propriedades mecânicas e termomecânicas dos corpos cerâmicos fabricados;
- associação da variação de velocidade e atenuação do ultra-som com propriedades mecânicas de corpos cerâmicos à base de alumina;
- caracterização dos espectros de ultra-som;
- proposição de equações empíricas para descrever as relações entre as propriedades acústicas e mecânicas.

### **3 LIMITAÇÕES DO TRABALHO DE PESQUISA**

A investigação científica envolvida neste trabalho apresenta limitações quanto a sua interpretação. Entre estas, destacam-se:

- a aplicabilidade de grande parte deste trabalho está restrita aqueles corpos cerâmicos isentos de defeitos estranhos à microestrutura do material, diferentemente das técnicas mais convencionais de ultra-som que são normalmente dedicadas à identificação, localização ou inspeção de defeitos que não fazem parte da microestrutura original do material;
- a alumina utilizada é referente a uma amostragem pontual do material utilizado industrialmente, podendo variar quanto à sua composição química, mineralógica e granulométrica;
- a conformação dos corpos cerâmicos foi feita por prensagem uniaxial. A utilização de outros processos de conformação pode acarretar em modificações na densificação e formação da microestrutura dos mesmos;
- o processo de queima utilizado, em forno elétrico tipo mufla, pode apresentar variações de temperatura de queima em função da posição dos corpos cerâmicos em relação às resistências elétricas, a homogeneidade das amostras não é completa;
- as curvas de queima utilizadas foram definidas em pré-testes e podem apresentar desvios em relação a queimas realizadas na indústria.

## 4 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 4.1 Materiais Cerâmicos

A definição de material cerâmico poderia ser tão complexa quanto os próprios materiais assim denominados. Para ser abrangente e ao mesmo tempo para simplificar, diz-se que materiais cerâmicos são materiais não metálicos e inorgânicos.

Em geral, os materiais cerâmicos utilizados em aplicações de engenharia podem ser divididos em dois grupos: tradicionais e técnicos. Os materiais cerâmicos tradicionais são obtidos normalmente a partir da formulação, processamento e sinterização de matérias-primas naturais como argilas, quartzo, feldspatos, entre outras. A cerâmica usada na construção civil (tijolos, telhas, lajotas, revestimentos, etc) e as porcelanas, desde a porcelana de mesa, sanitária até aquela utilizada em isoladores elétricos são exemplos de materiais cerâmicos tradicionais [2].

Os materiais cerâmicos técnicos são usualmente constituídos por compostos puros ou quase puros, podendo ser divididos em óxidos e não óxidos, tais como o óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), o carbeto de silício ( $\text{SiC}$ ) e o nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ). Diferentemente dos materiais cerâmicos tradicionais que utilizam matérias-primas naturais com pouco ou nenhum beneficiamento, os materiais cerâmicos técnicos são produzidos a partir de materiais particulados de alta pureza, com tamanho médio de partículas usualmente menor que 1 micrometro, manufaturados sob condições especiais.

A história dos materiais cerâmicos técnicos é relativamente recente. A maior parte de suas aplicações está na área eletro-eletrônica, porém, as aplicações na indústria aeroespacial e automobilística, em funções estruturais, são cada vez mais importantes. Os produtos cerâmicos são utilizados desde os primeiros estágios de processamento de circuitos integrados e semicondutores, em cadinhos refratários, dispositivos de corte e polimento, mobília de fornos, barreiras de difusão, materiais dielétricos e isolantes como a sílica e o nitreto de silício depositados em circuitos integrados. A Tabela 4.1 apresenta exemplos de aplicações destes materiais.

Tabela 4.1 – Exemplos de aplicações de materiais cerâmicos técnicos [3].

Materiais	Aplicações
Elétricas	
Isolantes elétricos (alumina, carbeto de silício, óxido de berílio)	Substratos e cápsulas de circuitos integrados
Piezelétricos (zirconato e titanato de chumbo, niobato de lítio)	Osciladores, filtros, transdutores
Semicondutores (titanato de bário, óxido de Zn)	Varistores, aquecedores, sensores
Condutores elétricos (zircônia, cromato de lantânio, carbeto de silício)	Elementos de aquecimento
Indutividade (titanatos de bário e de estrôncio)	Microcondensadores de circuitos integrados
Condutores iônicos (zircônia, alumina beta)	Eletrólito sólido, condensadores
Radiação eletrônica (bromato de lantânio)	Cátodos
Térmicas	
Resistência ao calor (alumina, carbeto de silício, nitreto de silício)	Eletrodos, materiais para lingotamento contínuo
Isolamento térmico (alumina, zircônia)	Isolamento de fornos de alta temperatura
Transferência de calor (óxido de boro, nitreto de alumínio, alumina)	Radiador, partes eletrônicas
Mecânicas	
Resistência a alta temperatura (carbeto e nitreto de silício)	Turbinas a gás, motores diesel
Resistência à abrasão (alumina, carbeto de boro, diamante)	Selos mecânicos, brocas
Propriedades de corte (carbeto de titânio, de tungstênio e de boro)	Ferramentas de corte
Lubrificação (nitreto de boro, dissulfeto de molibdênio)	Lubrificantes sólidos
Magnéticas	
Magnetismo (óxido de ferro-manganês, óxido de ferro, óxido de bário)	Ferritas, fitas e cabeças magnéticas
Óticas	
Transmissão de luz (alumina, óxido de ítrio, óxido de magnésio)	Lâmpadas de vapor de sódio, lentes de altas temperaturas
Indução de luz (óxido de silício)	Fibras óticas, foto-sensores
Deflexão da luz (ácido de titânio/zircônio)	Dispositivos de memória de luz
Fluorescência (vidros de neodímio-ítrio)	Laser
Foto-sensibilidade (vidros de haletos de prata)	Materiais de memória de imagem, óculos de sol
Biológicas	
Histocompatibilidade (alumina, apatita)	Dentes e ossos artificiais

Materiais cerâmicos para Engenharia quase sempre apresentam descontinuidades, como trincas, que podem propagar-se quando tensionadas, levando à ruptura do corpo cerâmico. Assim, a deformação e a fratura dos corpos cerâmicos podem ser controladas pelos defeitos preexistentes, mais do que por outros aspectos microestruturais [4].

Resumidamente, as seguintes fontes de defeitos podem levar os materiais cerâmicos a falhas em serviço:

- matéria-prima: presença e formação de fases indesejáveis;
- conformação: má distribuição de tensões, compactação insuficiente;
- sinterização: curva e/ou patamar inadequados;
- acabamento: irregularidades superficiais;
- meio: temperatura, umidade, radiação, agentes agressivos;
- condições de serviço: solicitações mecânicas e termomecânicas.

#### ***4.1.1 Principais propriedades dos materiais cerâmicos***

As propriedades dos materiais cerâmicos variam bastante devido às diferenças de ligações químicas. Em geral, os materiais cerâmicos são duros e frágeis, com pouca tenacidade e pouca ductilidade. São bons isolantes térmicos e elétricos, devido à ausência de elétrons de condução. Têm geralmente temperaturas de fusão relativamente altas e grande estabilidade química em muitos ambientes hostis, devido à estabilidade das suas fortes ligações químicas [2, 5]. A seguir serão apresentadas resumidamente algumas propriedades de interesse para este trabalho.

##### *4.1.1.1 Fragilidade*

Uma das principais características do comportamento mecânico de materiais cerâmicos é a sua fragilidade, isto é, apresentam fratura frágil, diferentemente dos metais, chegando à ruptura sem apresentar uma considerável deformação plástica prévia.

A Figura 4.1 apresenta esquematicamente o comportamento genérico das duas classes de materiais para comparação. Os metais, normalmente, apresentam deformação plástica antes da ruptura, enquanto que, os materiais cerâmicos rompem assim que se atinge o limite de deformação elástica.

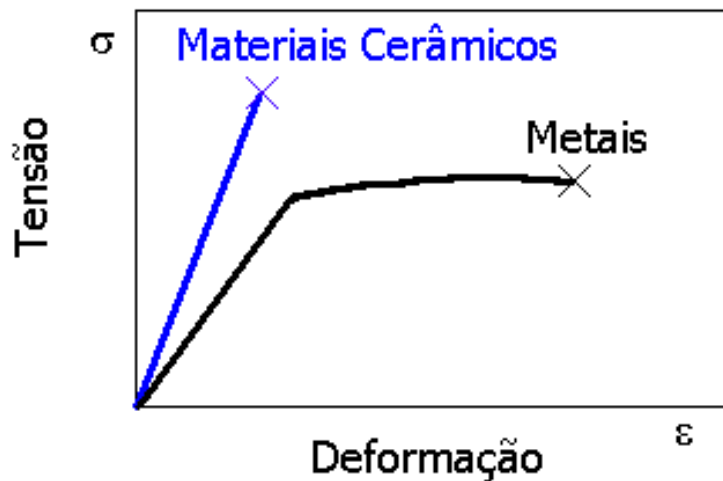


Figura 4.1 - Representação esquemática do comportamento genérico da curva tensão x deformação para metais e materiais cerâmicos.

A Figura 4.2 apresenta um diagrama esquemático de um cristal biatômico onde se pode observar a principal razão para que o escorregamento em materiais cerâmicos seja extremamente restrito. As duas etapas de escorregamento que seriam necessárias para se obter uma estrutura semelhante à original teriam de se realizar passando por uma situação de alta energia, resultante das repulsões de íons negativos e positivos com seus semelhantes <sup>[6]</sup>, diferentemente dos metais, por exemplo, onde apenas uma etapa de escorregamento é necessária, já que todos os pontos da rede têm a mesma carga.

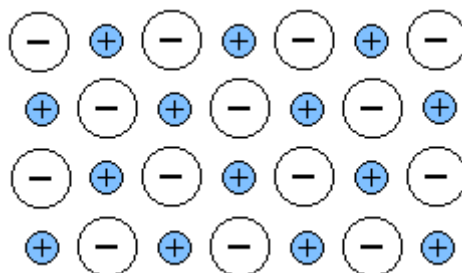


Figura 4.2 - Representação esquemática de um cristal biatômico.



#### 4.1.1.2 Resistência Mecânica

A ausência praticamente total de escorregamento nos materiais cerâmicos a temperatura ambiente é a principal razão da sua fragilidade. Isto, no entanto, induz a possibilidade teórica de se ter uma alta resistência mecânica.

Cálculos teóricos baseados apenas na energia necessária para romper as ligações químicas e formar duas novas superfícies concluem que a tensão teórica para romper um corpo cerâmico seria da ordem de 1/5 a 1/10 do seu módulo de elasticidade real [7].

Na prática, porém, a resistência mecânica dos materiais cerâmicos é bem mais baixa. Qualquer tipo de descontinuidade produz concentração de tensões no material; esta descontinuidade pode ser uma fissura, um poro, um contorno de grão ou mesmo um canto vivo interno da peça. Nos materiais dúcteis, essas concentrações de tensão podem ser aliviadas por deformação plástica. Nos materiais frágeis, entretanto, este mecanismo não ocorre e, em vez disso, quando a concentração de tensões supera o limite de resistência do material, ocorre a fratura. Uma vez iniciada, a fratura se propaga facilmente sob tensão, pois a concentração de tensão na ponta da trinca aumenta conforme a fratura avança. Por isso, também, a diferença entre a resistência à tração e à compressão dos materiais cerâmicos é bastante pronunciada [8]. Usualmente, os materiais cerâmicos são muito mais resistentes à compressão que à tração, pois os esforços de compressão não têm tanto efeito no sentido de propagar a trinca, como os esforços de tração.

Esta discrepância entre a teoria e a realidade começou a ser superada por Griffith\*[9], que em 1920 propôs a idéia de defeitos controladores (limitadores) da resistência mecânica em sólidos frágeis.

---

\* Alan A. Griffith (1893-1963): pesquisador britânico que estudou a resistência dos materiais quando trabalhava na Royal Aircraft Establishment, Farnborough, England.

As idéias básicas do conceito de Griffith são dadas a seguir [10, 11]:

- Qualquer material real contém defeitos ou trincas que concentram as tensões aplicadas;

- a concentração de tensão na ponta da trinca pode alcançar os valores teóricos necessários para romper as ligações da rede;

- as ligações atômicas ao longo da superfície de fratura não precisam romper simultaneamente, em vez disso podem romper em seqüência, isto é, a trinca se propaga através do material;

- duas energias estão envolvidas no processo de fratura: a energia elástica armazenada e a energia necessária para criar a nova superfície de fratura. Estas energias dependem do tamanho da trinca  $c$ ;

- a trinca propagar-se-á quando, com um aumento da extensão da trinca, a energia elástica liberada exceder o consumo de energia para criar a nova superfície.

Baseando-se nestes critérios, Griffith propôs a seguinte equação para a tensão necessária para a ruptura de um corpo cerâmico com defeito de tamanho  $c$ :

Equação de Griffith 
$$\sigma_f = \left( \frac{2E\gamma}{\pi c} \right)^{1/2}$$
 Equação 4.1

onde,  $\sigma_f$ : tensão de ruptura;  $\gamma$ : energia superficial específica;  $E$ : módulo de Young.

A Equação 4.1 para tensão de ruptura pode ser reescrita, numa forma mais geral, como:

$$\pi^{1/2} \cdot \sigma_f \cdot c^{1/2} = (2 \cdot E \cdot \gamma)^{1/2} \quad \text{Equação 4.2}$$

O termo da direita é independente do tamanho do defeito, só contém parâmetros do material e pode ser considerado constante para um dado material. Conseqüentemente, o termo da esquerda também é uma constante do material e é denominada tenacidade à fratura, expressa pelo símbolo  $K_{Ic}$ .

Para uma maior generalização, o termo  $\pi^{1/2}$  foi substituído por um fator adimensional  $Y$ , chamado fator de forma da LEFM (mecânica da fratura linear-elástica).

$$K_{Ic} = Y \cdot \sigma_f \cdot c^{1/2}$$

Equação 4.3

A Equação 4.3 é conhecida como a equação básica da mecânica da fratura linear-elástica. O significado desta equação é que o parâmetro de fratura característico de um material não é sua tensão de ruptura  $\sigma_f$ , mas o produto desta pelo tamanho do defeito  $c$ . Isto é, a resistência mecânica do material estará limitada pelo seu maior defeito (o mais crítico em tamanho, posição ou orientação), sendo este então o defeito controlador da resistência mecânica.

Para tensões menores que a tensão de ruptura:  $K_I = Y \cdot \sigma \cdot c^{1/2}$  onde  $K_I$  é o fator de intensidade de tensão.

O fator de forma  $Y$  é uma função do tamanho da trinca. Por simplicidade, um tamanho relativo de trinca  $X$  pode ser definido para relacionar o tamanho da trinca  $c$  com a dimensão da peça  $W$ .

$$X = \frac{c}{W}$$

Equação 4.4

A função  $Y(X)$  pode ser calculada para muitas geometrias de testes. Por exemplo, para um ensaio de flexão a quatro pontos, o polinômio a seguir é uma solução sugerida na literatura [12]:

$$Y = 1,99 - 2,47 \cdot X + 12,97 \cdot X^2 - 23,17 \cdot X^3 + 24,80 \cdot X^4$$

Equação 4.5

Concluindo, pode-se dizer que a resistência mecânica de um material cerâmico é uma combinação de um parâmetro invariável dependente do material – tenacidade à fratura – e de um parâmetro variável – o tamanho do defeito controlador. A variação da resistência deve ser atribuída à variação do tamanho do defeito controlador (o defeito que origina a fratura catastrófica).

#### 4.1.1.3 Resistência ao Choque térmico

Uma conhecida limitação de grande parte dos materiais cerâmicos diz respeito a sua relativamente baixa resistência ao choque térmico. O choque térmico ocorre quando um componente é submetido a um gradiente de temperatura entre a sua superfície e seu interior, provocado por aquecimento ou resfriamento brusco.

Quando um corpo, aquecido a uma temperatura  $T_q$ , é resfriado bruscamente para uma temperatura  $T_a$ , a superfície atinge instantaneamente esta temperatura, enquanto que o interior do permanece na temperatura inicial, conseqüentemente originam-se tensões térmicas no interior do corpo [13, 14]. Nesta situação, a superfície sofre uma contração que pode ser avaliada por:

$$\Delta L = \alpha \cdot (T_q - T_a) \quad \text{Equação 4.6}$$

onde  $\alpha$  é o coeficiente de dilatação térmica linear do material.

A Figura 4.3 representa a distribuição parabólica de temperatura resultante de um resfriamento brusco, em um certo instante, na seção plana de um corpo de espessura  $b$ .

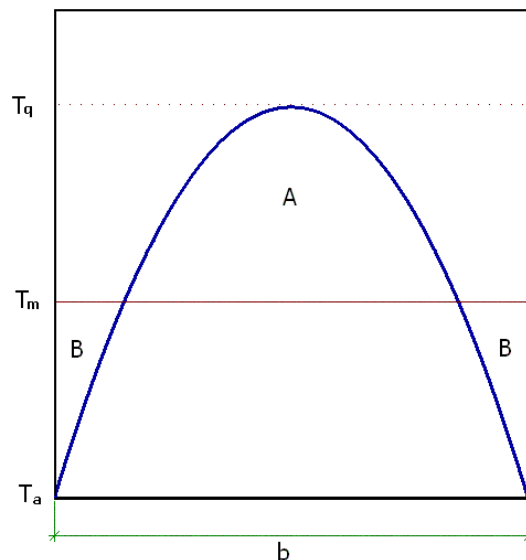


Figura 4.3 – Distribuição parabólica da temperatura em uma seção plana de um corpo de espessura  $b$  submetido a um choque térmico. (A) região de compressão; (B) região de tração.

A análise das tensões térmicas geradas em determinado ponto do material é bastante complexa, visto que dependem da razão entre o coeficiente de transferência de calor  $h$ , da condutividade térmica  $\kappa$  e da espessura  $b$  do material.

De um modo geral, a magnitude das tensões térmicas geradas pode ser avaliada pelo parâmetro adimensional denominado módulo de Biot  $\beta$  definido pela Equação 4.7:

$$\beta = \frac{b \cdot h}{2\kappa} \quad \text{Equação 4.7}$$

O fator crítico para medida do módulo de Biot é **h**, devido à estreita dependência da taxa de transferência de calor com  $\Delta T$ , com a turbulência do meio, com a formação de bolhas sobre a superfície, com a forma do corpo, entre outros.

São considerados severos os choques térmicos que apresentam  $\beta > 1$ . Nestas condições, uma trinca será nucleada quando a tensão térmica  $\sigma_t$  gerada for superior à resistência mecânica do material, conforme a Equação 4.8,

$$\sigma_t = \frac{E \cdot \alpha \cdot (T_q - T_a)}{1 - \mu} > RM \quad \text{Equação 4.8}$$

onde,  $\mu$  é o módulo de Poisson <sup>[15]</sup>.

Pandolfelli e Fadel <sup>[15]</sup> citam ainda dois fatores de correção para as situações práticas. Um fator de atenuação  $\Psi$  para os casos reais em que a diferença de temperaturas não atinge o valor limite e um fator de forma **S** que leva em consideração as diferentes formas dos corpos cerâmicos. Agregando-se estes fatores à Equação 4.8 pode-se especificar a máxima diferença de temperatura ou a diferença crítica de temperatura para a nucleação de trincas (Equação 4.9).

$$\Delta T_c = \frac{\sigma_t \cdot (1 - \mu)}{\Psi \cdot E \cdot \alpha} \cdot S \quad \text{Equação 4.9}$$

O fator dependente apenas do material pode ser isolado e definido por:

$$R = \frac{\sigma_t \cdot (1 - \mu)}{E \cdot \alpha} \quad \text{Equação 4.10}$$

que representa a resistência ao início e propagação de trincas em materiais cerâmicos.

Segundo Kingery<sup>[7]</sup>, para baixos valores de  $\beta$  (como por convecção de gás) a variação de temperatura que causa uma tensão suficiente para a fratura, é definida por:

$$\Delta T_c = \frac{\sigma_t \cdot (1 - \mu)}{\Psi \cdot E \cdot \alpha} \cdot S \cdot \left[ \frac{2\kappa}{0,31 \cdot b \cdot h} \right] \quad \text{Equação 4.11}$$

e o fator de resistência ao choque térmico para condições de baixas transferências de calor será:

$$R' = \frac{\sigma_t \cdot (1 - \mu) \cdot \kappa}{E \cdot \alpha} \quad \text{Equação 4.12}$$

Considerando-se a difusividade térmica **H**, pode-se determinar a máxima taxa de aquecimento superficial que pode ser imposta ao material cerâmico em termos de outro parâmetro **R''** (Equação 4.13). Valores superiores de difusividade térmica implicam uma maior equalização da temperatura, evitando a geração de altos gradientes de tensões térmicas.

$$R'' = \frac{\sigma_t \cdot (1 - \mu) \cdot H}{E \cdot \alpha} \quad \text{Equação 4.13}$$

As equações apresentadas até o momento relacionam o choque térmico com as propriedades físicas e variáveis de transferência de calor. Estes parâmetros governam somente o mecanismo de nucleação de fraturas. Na indústria, porém, a resistência ao choque térmico é avaliada através da medida dos efeitos do choque térmico nas propriedades e condições físicas do material. Ensaios realizados após solicitação térmica em materiais refratários, tais como: perda de peso, perda da resistência mecânica ou alteração na permeabilidade, não indicam a nucleação de trincas, mas o grau de dano resultante das fraturas por choque térmico.

Em certas aplicações, o grau de dano pode ser mais importante que a nucleação de trincas. Assim, a principal preocupação passa a ser a determinação dos parâmetros que influenciam a propagação das trincas levando ao dano do corpo cerâmico e a denominação resistência ao dano por choque térmico passa a ser empregada para caracterização destas variáveis.

Assumindo-se que a força motriz para propagação da trinca é fornecida pela energia elástica armazenada e que esta energia uma vez liberada é transformada em energia de superfície efetiva  $\gamma_{ef}$ , duas equações expressam a resistência ao dano por choque térmico:

$$R''' = \frac{E}{\sigma_t^2 \cdot (1 - \mu)} \quad \text{Equação 4.14}$$

$$R'''' = \frac{E \cdot \gamma_{ef}}{\sigma_t^2 \cdot (1 - \mu)} \quad \text{Equação 4.15}$$

Através da análise destes parâmetros pode-se deduzir por que materiais cerâmicos com alta resistência ao dano por choque térmico normalmente apresentam frações discretas de grãos, considerável porosidade e abundância de microtrincas internas. Além disso, pela comparação com os fatores de resistência ao início da fratura, pode-se entender por que é impossível maximizar ambas as propriedades.

Assim, a porosidade reduz a resistência à fratura por choque térmico, mas diminui o grau de dano no corpo cerâmico, pois causa uma redução substancial na energia elástica armazenada.

### Teoria Unificada de Hasselman

Estudando a propagação de trincas, Hasselman <sup>[16]</sup> estabeleceu um critério para calcular a extensão da trinca que se propaga em materiais cerâmicos submetidos a variações térmicas. Para isso, utilizou conceitos de tensão térmica, provenientes de gradientes de dilatação térmica e de condições de propagação contínua de trincas. A força motriz para a propagação da trinca é derivada da energia elástica armazenada no corpo no instante em que a fratura se inicia. Portanto, a fratura por tensões térmicas não será catastrófica se a energia elástica total armazenada for menor que a energia de fratura necessária para propagar a trinca no material. O modelo de Hasselman supõe um material totalmente frágil com uma densidade volumétrica de defeitos estruturais **N**, na forma de microtrincas de Griffith, circulares e idênticas, distribuídas uniformemente pelo material.

A Equação 4.16 foi proposta por Hasselman para descrever as condições críticas de variação de temperatura, abaixo das quais obtém-se trincas estáveis.

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{\pi \cdot \gamma \cdot (1 - 2\mu)^2}{2E \cdot \alpha^2 \cdot (1 - \mu^2) \cdot c_o}} \cdot \left[ 1 + \frac{16 \cdot (1 - \mu^2) \cdot N \cdot c_o^3}{9 \cdot (1 - 2\mu)} \right] \quad \text{Equação 4.16}$$

onde  $c_o$  é o tamanho inicial da trinca (comprimento do defeito crítico de Griffith).

A Equação 4.17 e a Equação 4.18 são simplificações da Equação 4.16, para os casos de trincas iniciais pequenas e trincas iniciais grandes, respectivamente.

Para trincas iniciais pequenas, a variação crítica da temperatura no resfriamento, necessária para o início da fratura, pode ser expressa pelo primeiro membro da Equação 4.16, e independe do número de trincas por unidade de volume  $\mathbf{N}$ .

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{\pi \cdot \gamma \cdot (1 - 2\mu)^2}{2E \cdot \alpha^2 \cdot (1 - \mu^2) \cdot c_o}} \quad \text{Equação 4.17}$$

Na presença de defeitos grandes, a variação da temperatura necessária para a propagação de trincas, além do comprimento do defeito  $c_o$ , também depende do número de trincas por unidade de volume  $\mathbf{N}$ .

$$\Delta T_c = \sqrt{\frac{128 \cdot \pi \cdot \gamma \cdot (1 - \mu^2) \cdot N^2 \cdot c_o^5}{81 \cdot E \cdot \alpha^2}} \quad \text{Equação 4.18}$$

A Equação 4.16 está ilustrada na Figura 4.4 através das linhas sólidas. A diferença de temperatura crítica, com o aumento do tamanho inicial da trinca, passa por um mínimo. Este comportamento contrasta com o critério de Griffith para carga constante, onde, a propagação da trinca será catastrófica sempre que o comprimento da trinca exceder um determinado valor.



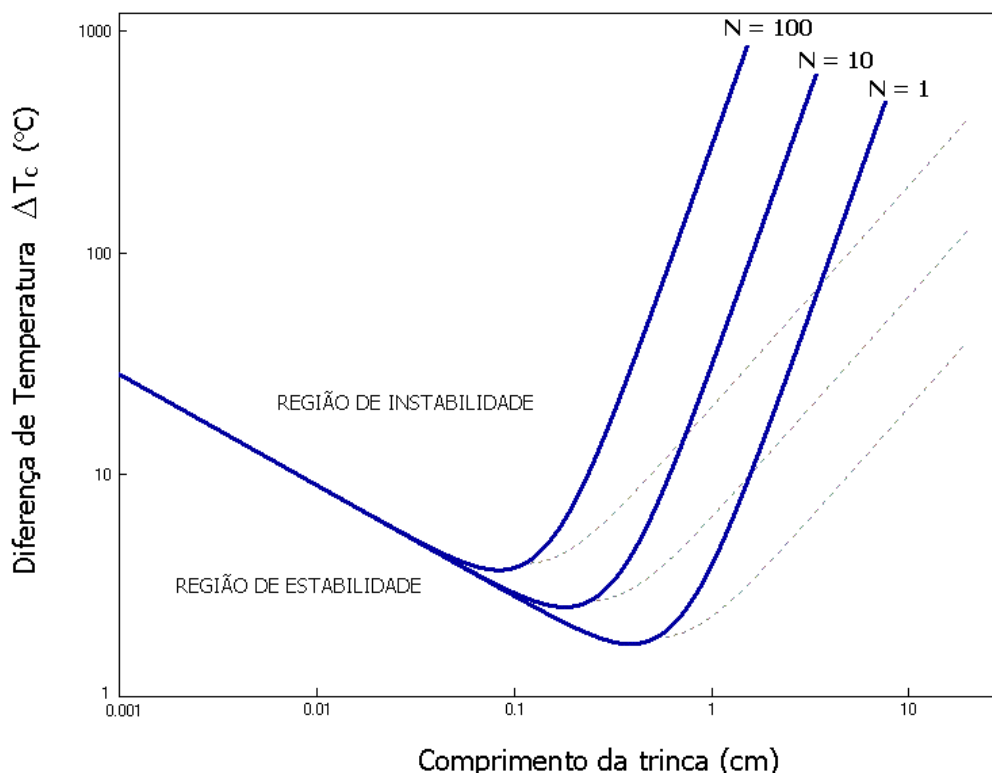


Figura 4.4 – Curvas de Hasselman indicando a mínima tensão térmica requerida para iniciar a propagação de trincas em função do tamanho e densidade volumétrica dos defeitos iniciais [16].

Porém, o comportamento previsto pela Equação 4.16 e suas simplificações não descreve completamente o comportamento da propagação das trincas. Para trincas iniciais pequenas, depois de iniciada a fratura, a taxa de liberação de energia elástica excede a energia de fratura de superfície. O excesso é transformado em energia cinética de propagação da trinca [17]. Quando a trinca alcança o comprimento crítico (linha contínua da Figura 4.4), ainda possui energia cinética e continua a propagar-se até que a energia potencial liberada iguale a energia de fratura de superfície. Esta condição é representada pelas linhas pontilhadas da Figura 4.4.

Para trincas iniciais pequenas,  $c_f \gg c_o$ , o comprimento final da trinca  $c_f$  pode ser expresso através da Equação 4.19.

$$c_f = \sqrt{\frac{3 \cdot (1 - 2\mu) \cdot \sigma_t^2}{4 \cdot \pi \cdot N \cdot \gamma \cdot E}} \quad \text{Equação 4.19}$$

Os ensaios com resfriamento rápido em banho de água (*quench*) são provavelmente os mais utilizados para caracterizar o comportamento em relação ao choque térmico de materiais cerâmicos. Nestes ensaios, uma amostra do material é aquecida lentamente em um forno até a temperatura  $T_q$  e então mergulhada em um banho com um fluido a temperatura  $T_a$ . A resistência residual das amostras (barras, por exemplo) é medida e correlacionada com a diferença de temperaturas  $\Delta T = (T_q - T_a)$  [18, 19].

Resultados típicos destes ensaios realizados com água são mostrados na Figura 4.5, para nitreto e carbeto de silício. Em ambos os gráficos, a resistência inicial do material é retida até uma diferença de temperatura crítica  $\Delta T_c$  ( $\Delta T_c$  ( $Si_3N_4$ ) =  $630 \pm 20^\circ C$ ,  $\Delta T_c$  ( $SiC$ ) =  $390 \pm 10^\circ C$ ) onde ocorre um decréscimo catastrófico da resistência. Este é o comportamento típico de materiais cerâmicos estruturais com alta resistência inicial e alto módulo de elasticidade. Estes materiais têm pequenas trincas superficiais da ordem de  $50 \mu m$  que crescem de maneira instável quando seu  $\Delta T_c$  é excedido. Para materiais cerâmicos com alta densidade de trincas, e trincas iniciais longas, a resistência diminui continuamente por que o crescimento estável das trincas prevalece. Este método é bastante efetivo para comparar diferentes materiais de acordo com seus  $\Delta T_c$  e, em geral, correlacionam-se com o parâmetro de resistência ao choque térmico  $R$  por que a água produz um choque térmico bastante severo, com altos módulos de Biot [20].

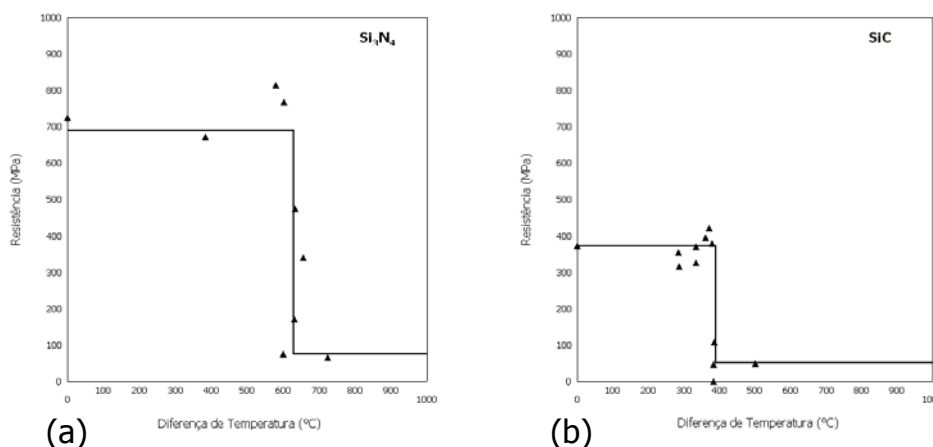


Figura 4.5 – Resistência residual a temperatura ambiente de (a)  $Si_3N_4$  e (b)  $SiC$  após resfriamento brusco em água com função da diferença de temperatura [20].

Outros fluídos usados nestes ensaios, tais como, óleos, ar comprimido ou leitos fluidizados conduzem a valores mais baixos de  $\Delta T_c$  por que a transferência de calor para as amostras é reduzida em comparação com a água, portanto são mais bem representados pelo parâmetro de resistência ao choque térmico  $R''$ .

#### *4.1.1.4 Módulo de Elasticidade*

Durante as últimas décadas muito esforço foi feito no sentido de entender a dependência do módulo de elasticidade de um material cerâmico com sua porosidade. Trabalhos experimentais e teóricos foram realizados e numerosas relações foram propostas. A maioria das proposições relaciona as principais constantes elásticas em termos da fração volumétrica de poros,  $P$ .

Existem dois tipos de porosidade em um corpo, a porosidade fechada e a porosidade aberta ou aparente. A partir daí, define-se também dois tipos de densidade - densidade de um material é a razão entre a massa e o seu volume: a densidade aparente, definida como a razão entre a massa e o volume total do corpo, incluindo o volume dos poros abertos e fechados; e a densidade real ou teórica, a razão entre a massa do corpo e o volume real ocupado pela massa sólida, ou seja, sem qualquer tipo de porosidade.

Como os poros fechados normalmente não podem ser detectados, a porosidade é geralmente caracterizada como porosidade aberta ou aparente, a qual descreve os poros que tem acesso à superfície. A porosidade aparente não é apenas mais fácil de medir experimentalmente, se comparada com a fechada, como é a mais importante, pois afeta diretamente propriedades tais como permeabilidade e área superficial <sup>[6]</sup>.

Boccaccini e Fan <sup>[21]</sup> relacionam as equações mais utilizadas para a dependência do módulo de elasticidade com a porosidade (Tabela 4.2).

Tabela 4.2 – Sumário das correlações entre o módulo de elasticidade e a porosidade.

Equação		Ref.
$E = E_o \cdot e^{-bP}$ ,	para $P \leq 0,5$	Equação 4.20 22,23
$E = E_o \cdot e^{\frac{-b}{(1-P)}}$	para $P \geq 0,5$	Equação 4.21 22
$E = E_o \frac{(1-P)}{(1+kP)}$ ,	$k = \frac{(1+\mu_o)(13-15\mu_o)}{2(7-5\mu_o)}$	Equação 4.22 24
$E = E_o (1-a \cdot P^{2/3})$		Equação 4.23 25
$E = E_o (1-mP)$ ,	$m = f(z/x)$ para $P \leq 0,5$	Equação 4.24 26
$E = E_o (1-P^{2/3})^{1,21s}$ ,	$s = f(z/x)$ para $P \leq 0,5$	Equação 4.25 27
$E = E_o \left( 1 - \frac{uP}{1+[u-1]P} \right)$		Equação 4.26 28
$E = E_o \frac{(1-P)^2}{(1+k_E P)}$ ,	$k_E = 2 - 3\mu_o$	Equação 4.27 29
$E = E_o (1-p \cdot P)^q$		Equação 4.28 30,31,32

E: módulo de elasticidade do material poroso;  $E_o$ : módulo de elasticidade da matriz livre de poros; P: fração volumétrica da porosidade;  $\mu_o$ : coeficiente de Poisson da matriz livre de poros; b, k, u, p, q: parâmetros de ajuste, sem clara relação com a estrutura, m e s são parâmetros relacionados a forma e orientação dos poros, z/x é a razão entre os eixos dos poros.

Krüger [33] apresenta o termo **s** dependente da relação entre os eixos dos poros da Equação 4.25 (modelo proposto por Boccaccini [34, 35]) já corrigido na Equação 4.29 onde (z/x) é o aspecto geométrico entre o maior e o menor eixo da cavidade medido metalograficamente e  $\Phi$  é a orientação das cavidades. Para os casos em que a orientação das cavidades é aleatória  $\cos^2 \Phi$  pode ser considerado igual a 0,333.

$$s = \left( \frac{z}{x} \right)^{1/3} \sqrt{1 + \left[ \left( \frac{z}{x} \right)^{-2} - 1 \right] \cos^2 \phi} \quad \text{Equação 4.29}$$

#### 4.1.1.5 Fadiga estática: resistência mecânica dependente do tempo

A fadiga é tradicionalmente conhecida como sendo a ruptura que os materiais sofrem sob ação de tensões cíclicas. No caso dos materiais cerâmicos, entretanto, a fadiga cíclica não é característica [2], no entanto, pode ocorrer o fenômeno conhecido como **fadiga estática**, caracterizada pelo rompimento do material sob um estado de tensão constante, durante um certo tempo, que pode variar dependendo da agressividade do meio. A fratura ocorre de maneira inesperada e sem aviso, e em muitos casos, após um longo período de utilização satisfatória em um determinado nível de carregamento.

#### Mecanismos de fadiga estática

O modelo geral para o crescimento subcrítico de trincas em materiais cerâmicos prevê que a propagação rápida e catastrófica de uma trinca dar-se-á somente quando a tensão aplicada for maior ou igual à tensão de ruptura do material, isto é, quando o fator de intensidade de tensão na ponta da trinca  $K_I$  for maior ou igual ao fator de intensidade de tensão crítica  $K_{Ic}$ . Para tensões menores que as correspondentes a  $K_{Ic}$ , ocorre o crescimento subcrítico de trincas.

A literatura apresenta um modelo de resistência mecânica dependente do tempo que foi elaborado, principalmente por Davidge, Evans, Wiederhorn e Ritter e seus respectivos colaboradores [36]. O modelo combina a idéia básica de Griffith de que a resistência mecânica dos materiais frágeis é controlada por defeitos preexistentes e a observação de que materiais cerâmicos apresentam o fenômeno do crescimento subcrítico de trincas [37, 38].

O gráfico da Figura 4.6 foi construído a partir de dados experimentais obtidos para vidros, monocristais e materiais cerâmicos policristalinos. As amostras foram submetidas a uma carga ou um momento de flexão constante e a extensão da trinca medida periodicamente em função do tempo. A curva geral pode ser dividida em regiões, e cada região é descrita por um diferente mecanismo [39, 40].

## Região I

É a região mais importante. Nesta região, o material passa a maior parte de sua vida útil. O mecanismo de crescimento de trincas é fortemente influenciado pela agressividade do meio. Por exemplo, para vidros à base de silicatos em presença de água, a propagação de trincas depende fortemente da taxa de reação das moléculas polares da água com a ligação Si-O do material. A Figura 4.7 apresenta esquematicamente este efeito.

Este modelo sugere que outros ambientes também podem aumentar a velocidade de crescimento de trincas se as espécies envolvidas tiverem características de ligação e estrutura similares às da água, ou seja, doadores de prótons em uma extremidade da molécula e orbitais vazios na outra. Existem limitações espaciais, uma vez que a distância entre os átomos de silício e oxigênio na ligação é de apenas 1,63 Å.

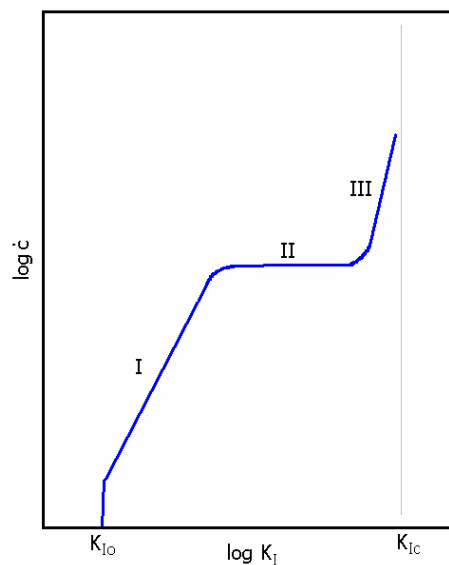


Figura 4.6 - Variação da velocidade de crescimento da trinca em função do fator de intensidade de tensão para materiais cerâmicos em ambientes corrosivos.

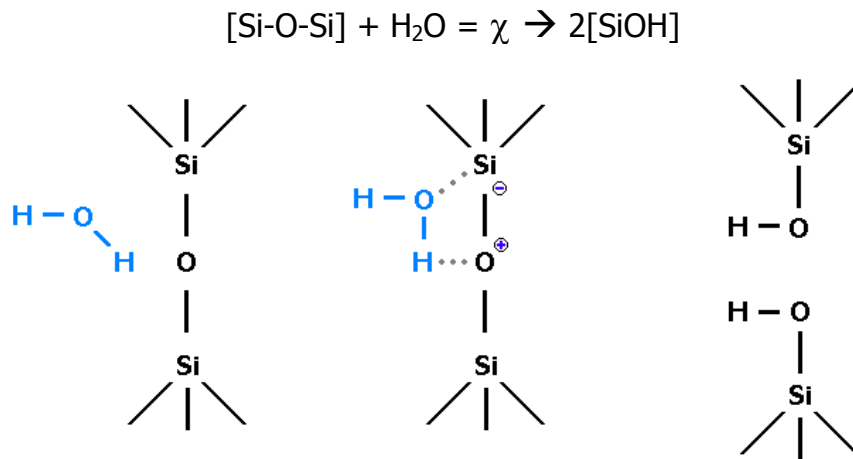


Figura 4.7 - Modelo de reação química de  $\text{H}_2\text{O}$  e sílica amorfa induzida por tensão.

### Região II

Um patamar aparece quando o crescimento da trinca ocorre em um ambiente no qual o constituinte minoritário no líquido ou no gás controla a reação da ponta da trinca. Como a trinca prossegue, as substâncias do ambiente que reagiram com as ligações químicas na ponta da trinca, por exemplo,  $\text{H}_2\text{O}$ , esgotam-se na vizinhança da ponta da trinca, criando assim, um gradiente de concentração. Na região I, a taxa é controlada pela velocidade de reação na ponta da trinca, mas se a velocidade da trinca aumenta, o tamanho da zona em que a  $\text{H}_2\text{O}$  esgotou aumenta. A partir de uma determinada velocidade de crescimento da trinca, a velocidade de difusão das espécies passa a determinar a taxa de avanço da trinca.

### Região III

Região bastante próxima da fratura catastrófica. Independente da concentração de  $\text{H}_2\text{O}$ .

### Previsão de vida útil

Um modelo de previsão de vida útil que considera o crescimento subcrítico de trincas em um ambiente úmido e, também, que o material tem uma população de microdefeitos, como postulou Griffith, e que estes defeitos estão sob um estado de tensão abaixo do valor crítico necessário para propagá-los, estabelece uma equação

que define, em função das condições de trabalho, em quanto tempo o defeito controlador atingirá níveis críticos.

A Equação 4.30 é denominada equação básica da mecânica da fratura linear-elástica (LEFM):

$$\dot{c} = \frac{dc}{dt} = A \cdot K_I^n \quad \text{Equação 4.30}$$

onde **A** e **n** são constantes do material, e,

$$K_I = Y \cdot \sigma \cdot c^{1/2} \quad \text{Equação 4.31}$$

Substituindo **K<sub>I</sub>**, tem-se:

$$\int_{c_i}^{c_c} \frac{dc}{c^{n/2}} = A \cdot Y^n \cdot \int_0^{t_f} \sigma^n dt \quad \text{Equação 4.32}$$

onde  $\sigma = f(\mathbf{t})$ .

Para carregamento estático, condição normalmente utilizada para simulação de serviço:  $\sigma = f(\mathbf{t}) = c^{te}$

$$t_f = \frac{B \cdot S_I^{n-2}}{\sigma_a^n} \quad \text{Equação 4.33}$$

onde,  $B = \frac{2}{A \cdot Y^2 \cdot (n-2) \cdot K_{Ic}^{n-2}}$ ;  $S_I = \frac{K_{Ic}}{Y \cdot c_i}$ : tensão inerte; **t<sub>f</sub>**: tempo de fratura;

$\sigma_a$ : tensão aplicada.

A Equação 4.33 pode ser utilizada para previsão do tempo de falha de um corpo-de-prova submetido a uma determinada carga.

Por fim, cabe salientar que, segundo Freiman <sup>[36]</sup>, a equação  $\dot{c} = A \cdot K_I^n$  tem uma base teórica mais fraca que, por exemplo,  $\dot{c} = c_o \cdot e^{b \cdot K_I}$ , no entanto, é utilizada em projetos de Engenharia pela facilidade de manipulação matemática (facilmente integrada para calcular o tempo de fratura).



### 4.1.2 Tratamento estatístico

A natureza aleatória dos defeitos presentes em materiais cerâmicos faz com que se tenha uma incerteza nas medidas de suas propriedades, em especial a resistência mecânica. Medidas de resistências mecânicas de uma série de corpos-de-prova cerâmicos idênticos produzem resultados com considerável dispersão. Este comportamento pode ser explicado como uma consequência da flutuação de tamanho do defeito controlador. A existência desta dispersão tem consequências importantes em Engenharia. Primeiramente, a resistência que poderá ser usada em um projeto com segurança será menor que a resistência média medida deste material. Além disso, a probabilidade de falha de uma amostra em escala é maior que a de uma amostra pequena sob a mesma tensão pois aumenta a probabilidade de um defeito crítico em um volume maior. Portanto, é importante ter meios de descrever estes efeitos quantitativamente e incorporá-los a um método de projeto para aumentar a sua segurança. As distribuições estatísticas fornecem tais meios.

A distribuição estatística mais frequentemente encontrada para descrever dados experimentais é a distribuição Normal ou Gaussiana. A Equação 4.34 representa a distribuição Gaussiana em termos de média  $\sigma_m$  e variância  $s^2$ , normalizada para uma probabilidade 1 quando integrada para todas as tensões [41].

$$p(\sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi \cdot s^2}} e^{-\frac{(\sigma - \sigma_m)^2}{2s^2}} \quad \text{Equação 4.34}$$

A Equação 4.34 representa a distribuição Gaussiana na sua forma mais conhecida (forma de sino).

A distribuição Gaussiana pode ser tomada também na sua forma cumulativa, isto é, a probabilidade de uma variável assumir um valor menor ou igual a um determinado valor. É a integral da distribuição Normal, a Equação 4.35 apresenta esta função:

$$P(\sigma) = \frac{1}{2} \left[ 1 + \operatorname{erf} \left( \frac{\sigma - \sigma_m}{s\sqrt{2}} \right) \right] \quad \text{Equação 4.35}$$

onde  $erf$  é a função erro.

A Figura 4.8 apresenta as formas da distribuição Gaussiana representadas pelas equações anteriores.

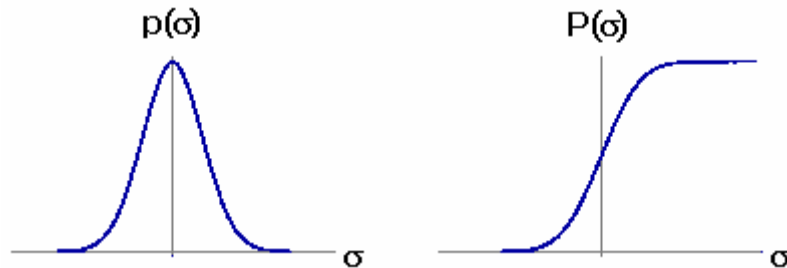


Figura 4.8 – Formas da distribuição Gaussiana ou Normal.

A distribuição Normal tem muitas propriedades convenientes: variações aleatórias são geralmente assumidas como tendo distribuição Normal. Embora, isto possa ser perigoso como fonte de erros, é geralmente uma boa aproximação devido ao resultado conhecido como Teorema do Limite Central. Este teorema estabelece que a média de qualquer conjunto de variáveis com qualquer distribuição tendo média e variância finitas tende à distribuição Normal. Por isso, existe uma tendência de invocar a distribuição Normal mesmo em situações onde pode não ser aplicável [42].

Cabe ressaltar que a distribuição Gaussiana pode ser usada para representar a distribuição dos dados de resistência mecânica para valores não muito distantes da média. Para valores muito menores que a média, no entanto, pode apresentar resistências mecânicas negativas.

Já a distribuição de Weibull [43] tem uma resposta mais apropriada para pequenos valores de resistência mecânica e contém um termo de dependência do volume que permite seu uso em amostras de volumes variáveis.

O tratamento dado por Weibull baseou-se no modelo do *elo mais fraco*, que considera uma analogia com uma corrente. A resistência da corrente como um todo será igual a resistência de seu elo mais fraco. Este modelo pode ser representado pela Equação 4.36 para um material sob tensão constante em todos os pontos.

$$P_f = 1 - e^{-R(\sigma) \frac{V}{V_o}} \quad \text{Equação 4.36}$$

onde:  $P_f$  é a probabilidade de fratura de um corpo com volume  $V$ ;  $R(\sigma)$  é a probabilidade de uma amostra com volume  $V_o$  fraturar a uma tensão  $\sigma$ .

Weibull propôs um modelo simples de três parâmetros para  $R(\sigma)$ :

$$R(\sigma) = \left( \frac{\sigma - \sigma_c}{\sigma_o} \right)^m \quad \text{Equação 4.37}$$

onde,  $m$  é uma constante (módulo de Weibull);  $\sigma_c$  é uma tensão crítica abaixo da qual a fratura não ocorre ( $P_f = 0$ ); e  $\sigma_o$  é uma tensão normalizada.

Substituindo-se  $R(\sigma)$ , obtém-se:

$$P_f = 1 - e^{-\left( \frac{\sigma - \sigma_c}{\sigma_o} \right)^m \frac{V}{V_o}} \quad \text{para } \sigma > \sigma_c \quad \text{Equação 4.38}$$

$$P_f = 0 \quad \text{para } \sigma \leq \sigma_c$$

Quando a análise de Weibull é aplicada a um conjunto de amostras com volume variável, o termo  $V/V_o$  deve ser considerado. No entanto, para um conjunto de amostras de volume constante, o mesmo termo pode ser ignorado ( $V/V_o = 1$ )<sup>[41]</sup>. Além disso, quando não há evidência física da existência de uma tensão crítica abaixo da qual a fratura não ocorre, pode-se também ignorar o termo  $\sigma_c$  ( $\sigma_c=0$ )<sup>[44]</sup>.

Levando-se em conta estas considerações, a distribuição de Weibull assume a forma de dois parâmetros que é a mais utilizada na prática (Equação 4.39).

$$P_f = 1 - e^{-\left( \frac{\sigma}{\sigma_o} \right)^m} \quad \text{Equação 4.39}$$

A Equação 4.39 pode ser linearizada aplicando-se logaritmo natural duas vezes. O resultado é mostrado na Equação 4.40, a seguir, que pode ser ajustada através de pares de valores formados pelas medidas experimentais obtidas ordenadas e pela probabilidade calculada através de um estimador.

$$\ln \ln \left( \frac{1}{1 - P_f} \right) = m \cdot \sigma - m \cdot \ln \sigma_o \quad \text{Equação 4.40}$$

A forma não cumulativa da distribuição de Weibull, para tensões e volume constantes, é apresentada pela Equação 4.41.

$$P_f = m \left( \frac{\sigma^{m-1}}{\sigma_o^m} \right) \cdot e^{-\left( \frac{\sigma}{\sigma_o} \right)^m} \quad \text{Equação 4.41}$$

A fim de expressar a probabilidade de fratura, um estimador deve ser utilizado. Os dois primeiros estimadores da Tabela 4.3 são os mais comumente utilizados, os outros foram propostos por Neville <sup>[45]</sup> para casos especiais.

Papargyris <sup>[46]</sup> discute a aplicação destes estimadores e o tamanho da população ideal para as principais aplicações da distribuição de Weibull para materiais cerâmicos. Resumidamente, pode-se dizer que o estimador  $P_f = (i-0,5)/N$  é o que apresenta o menor espalhamento para o cálculo do módulo de Weibull e, portanto, é o mais indicado para aplicações em Ciência dos Materiais. O estimador  $P_f = (i-0,3)/(N+0,4)$  é muito próximo do valor médio dos quatro estimadores examinados. Por fim, o estimador  $P_f = i/(N+1)$ , o mais utilizado, é o que apresenta os valores mais conservativos de **m**, isto é, o que dá a maior margem de segurança para fins de projeto, contudo, é o menos preciso em termos de confiabilidade.

Tabela 4.3 – Estimadores para probabilidade de fratura.

Nº	Estimador
E1	$P_f = \frac{i}{N+1}$
E2	$P_f = \frac{i-0,5}{N}$
E3	$P_f = \frac{i-0,3}{N+0,4}$
E4	$P_f = \frac{i - \frac{3}{8}}{N + \frac{1}{4}}$

$i = i^{\text{ésimo}}$  valor experimental obtido  
 $N =$  número total de amostras

Uma avaliação do efeito tamanho da população de amostras mostrou que o módulo **m**, para materiais cerâmicos, permanece quase constante para as populações e estimadores examinados. Estimadores simples e um número mínimo de cerca de 30 amostras são suficientes para análises estatísticas.

Normalmente, seria esperado que a função de Weibull de três parâmetros apresentasse melhores resultados para ajuste que a função de dois parâmetros, contudo, os coeficientes de correlação encontrados indicam que este nem sempre é o caso.

Finalmente, devem-se considerar algumas limitações teóricas deste desenvolvimento da distribuição de Weibull:

- o formato da distribuição de Weibull foi desenvolvido assumindo tensão constante em todos os pontos da amostra (Wachtman <sup>[41]</sup> apresenta adaptações da distribuição de Weibull para testes nos quais a tensão varia com a posição);

- o desenvolvimento baseou-se no modelo do *elo mais fraco*, e como tal, não deve ser usado para descrever a fratura de materiais em que a distribuição dos defeitos no momento em que ocorre a fratura é diferente da distribuição inicial dos defeitos, nem deve ser aplicado em casos onde a fratura depende de todo o histórico de evolução da fratura, por exemplo, em revestimentos frágeis e em fragmentação de fibras em materiais compósitos <sup>[47]</sup>.

### 4.1.3 Processamento cerâmico

O processo de fabricação de um produto cerâmico converte o material bruto em uma peça utilizável. Envolve as etapas de elaboração da matéria-prima, a conformação, e a etapa de sinterização a altas temperaturas. O processo geral de fabricação de materiais cerâmicos pode ser esquematizado conforme o fluxograma apresentado na Figura 4.9.

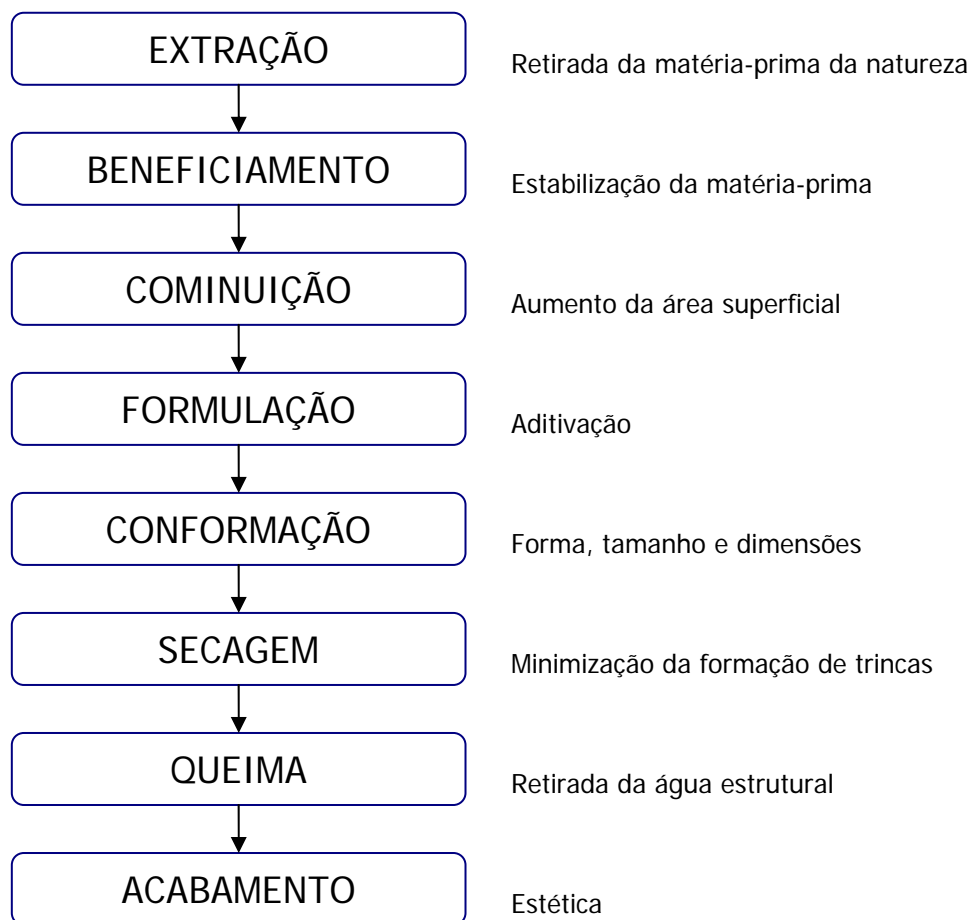


Figura 4.9 – Fluxograma genérico das etapas de fabricação de materiais cerâmicos.

#### *4.1.3.1 Conformação*

No processamento de materiais cerâmicos, a etapa de conformação consiste na compactação de um pó na sua forma final. Usualmente, procura-se obter o mais alto grau de compactação das partículas, sem perda da homogeneidade. Um maior empacotamento das partículas gera corpos cerâmicos, após a sinterização, com porosidade remanescente reduzida.

Existe uma grande variedade de processos de conformação e a sua escolha depende simultaneamente da forma da peça e das propriedades previstas no projeto. Os processos mais utilizados na conformação de pós finos são a prensagem a seco (<3% de água em peso) e semi-seco (3-12% de água). A prensagem tradicional pode ser definida como uma compactação uniaxial de pós confinados em uma matriz de prensagem, onde pequenas quantidades de água e/ou aditivos auxiliam sua compactação. As principais vantagens da prensagem estão relacionadas a sua alta produtividade e precisão dimensional [48].

Em geral, no processo de compactação, a dureza, o tamanho das partículas, a taxa de aplicação de carga, a forma e a distribuição do tamanho de partículas também influenciam os mecanismos de densificação.

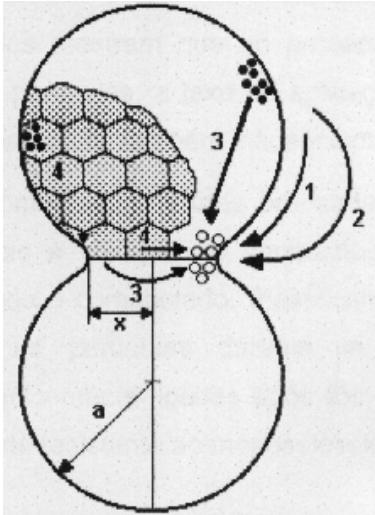
#### *4.1.3.2 Sinterização*

Na etapa de queima do processamento cerâmico, irá ocorrer o processo de sinterização levando a densificação do corpo cerâmico. Sua força motriz é a diminuição da área superficial total das partículas, através da redução da área interfacial partícula-partícula e partícula-poro. A redução da área superficial ocorre pelo crescimento das partículas maiores em detrimento das menores a altas temperaturas. Os átomos das partículas pequenas são transferidos para as maiores e os poros entre as partículas são consumidos no processo [49].

A transferência de massa envolvida na sinterização pode ocorrer por mecanismos distintos, algumas vezes simultâneos e, dependem do sistema cerâmico envolvido. A Figura 4.10 ilustra esquematicamente diferentes mecanismos que promovem a sinterização. Cada um dos mecanismos pode predominar em relação aos outros, conforme a composição química/mineralógica do material cerâmico.

Três mecanismos principais podem ser destacados:

- i) difusão, não somente ao longo dos contornos de grão ou entre as partículas, mas também no interior dos grãos;
- ii) evaporação de átomos nas superfícies convexas e sua condensação nas superfícies côncavas, devido aos diferenciais de pressão-vapor.
- iii) escoamento viscoso ou plástico.



- 1 – Difusão superficial
- 2 – Evaporação e condensação
- 3 – Difusão por volume
- 4 – Difusão por contorno de grão

Figura 4.10 – Mecanismos de sinterização [7].

A difusão é o principal mecanismo de sinterização dos produtos cerâmicos sem fase vítrea. No processo, há uma redução do volume total devido ao contato entre as partículas de tal modo que os centros dos grãos fiquem mais próximos uns dos outros. A Tabela 4.4 apresenta os principais mecanismos de transporte de massa atuantes na sinterização e a sua possibilidade de promover, ou não, a densificação do corpo cerâmico.

Tabela 4.4 – Mecanismos de transporte de massa durante a sinterização [50].

<b>Mecanismo</b>	<b>Densificação</b>
Difusão Superficial	Não
Evaporação Condensação	Não
Difusão no Contorno	Sim
Difusão no Reticulado	Sim
Escoamento Viscoso	Sim
Escoamento Plástico	Sim



## 4.2 Ultra-som

Os métodos de ensaio por ultra-som baseiam-se na porção do espectro acústico com frequências bastante superiores, tipicamente de 1 MHz a 25 MHz, às frequências audíveis pelos seres humanos (de 20Hz a 20kHz). As ondas ultra-sônicas são ondas mecânicas, isto é, requerem um meio de transmissão, não se transmitindo no vácuo.

No ensaio de ultra-som, um emissor induz ondas ultra-sônicas que se propagam através do material a ser analisado. Pelo eco captado no receptor, determina-se a existência ou não de discontinuidades. O ensaio de ultra-som é um dos principais métodos de ensaio não-destrutivo aplicados na indústria, porque permite inspecionar todo o volume da peça [51].

A forma mais comum de produzir ultra-som para os ensaios não destrutivos é a que utiliza os cristais piezelétricos, como sulfato de lítio, o titanato de bário e o quartzo, entre outros.

Ao se aplicar corrente elétrica alternada de alta frequência, um cristal piezelétrico vibra na mesma frequência, gerando o ultra-som. Na recepção, ocorre o inverso: o ultra-som fará o cristal vibrar, gerando um sinal elétrico de alta frequência. Em geral, para os ensaios não-destrutivos utilizam-se frequências na faixa de 0,5 a 25 MHz.

O ensaio de ultra-som, comparado com outros métodos não destrutivos, apresenta as seguintes vantagens [52]:

- localização precisa das discontinuidades existentes nas peças, sem processos intermediários, como, por exemplo, a revelação de filmes, como em técnicas de inspeção por raios X;
- alta sensibilidade ao detectar pequenas discontinuidades;
- maior penetração para detectar discontinuidades internas;
- respostas imediatas.

Como desvantagens, pode-se citar:

- é um ensaio relativo, necessita padrões para calibração do equipamento;

- necessidade de acoplantes (substâncias que fazem a ligação entre o equipamento de ensaio e a peça).

A técnica de ultra-som como ensaio não destrutivo é largamente utilizada na indústria para detectar discontinuidades em todo o volume do material a analisar, principalmente em metais. O ensaio consiste em fazer com que o ultra-som, emitido por um transdutor, percorra o material a ser ensaiado, efetuando-se a verificação dos ecos recebidos de volta, pelo mesmo ou por outro transdutor.

Transdutor ou cabeçote é todo o dispositivo que converte um tipo de energia em outro, no caso dos ensaios de ultra-som, energia elétrica em energia mecânica de vibração e vice-versa. A Figura 4.11 apresenta esquematicamente um transdutor ultra-sônico.

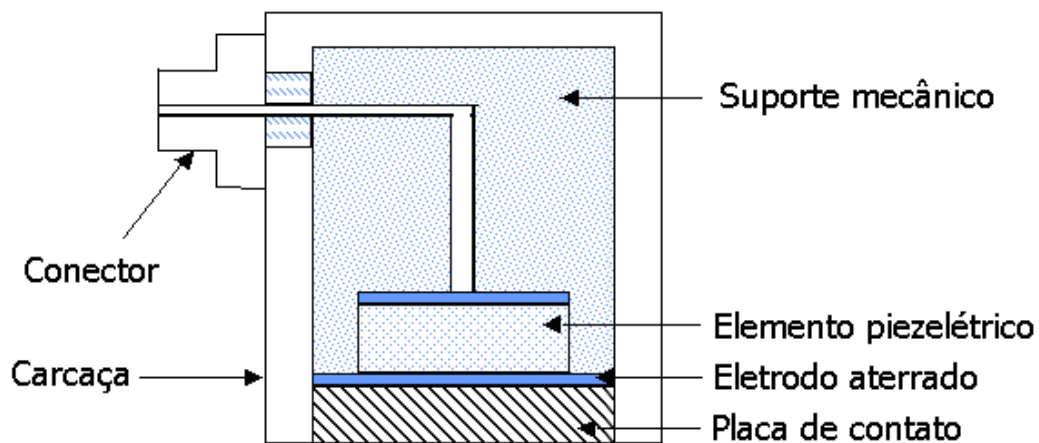


Figura 4.11 - Construção de um transdutor ultra-sônico.

No ensaio por ultra-som, existe uma grande variedade de transdutores para atender a diversas aplicações.

Os transdutores para ultra-som podem ser classificados quanto:

- ao ângulo de emissão/recepção do ultra-som (normais, angulares);
- à função (emissor, receptor ou emissor/receptor);
- ao cristal (monocristal, duplo cristal).

Como o ultra-som deve passar do transdutor para a peça com um mínimo de interferência, há necessidade de colocar um elemento que faça esta ligação, evitando discontinuidades no acoplamento. Este acoplante pode ser óleo, água,

glicerina ou graxa, entre outros.

Nos ensaios com contato direto, o acoplante é colocado na forma de uma película entre a peça e o cabeçote. Nos ensaios por imersão, a peça e o cabeçote são mergulhados em um líquido, geralmente a água. A Figura 4.12 apresenta um desenho esquemático destes acoplamentos.

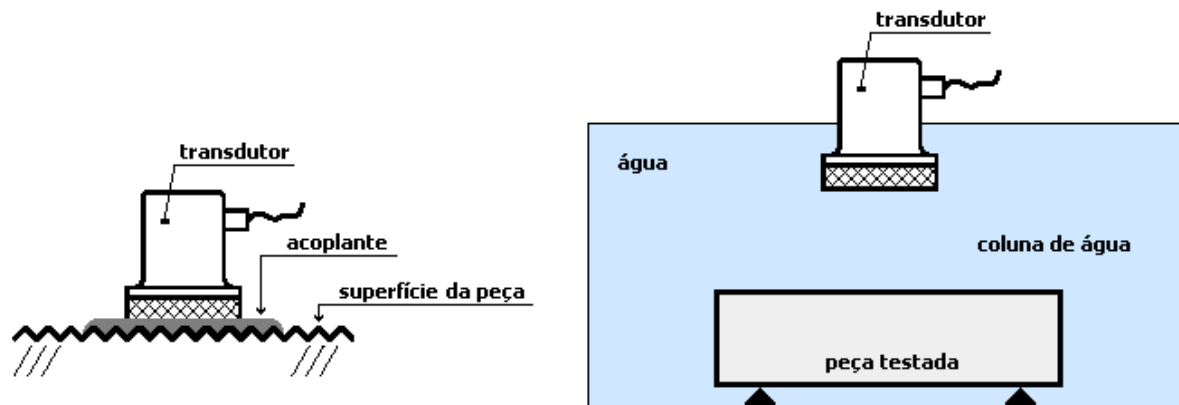


Figura 4.12 - Acoplamentos para ensaio de ultra-som.

As principais técnicas de ensaio, em relação à disposição dos transdutores estão listadas a seguir:

i) Transmissão (transparência): a peça é colocada entre os transdutores emissor e receptor, de forma que o ultra-som percorre a peça de uma superfície até a outra. Não havendo descontinuidades no material, o receptor recebe aproximadamente 100% do sinal emitido. Havendo descontinuidades, o receptor recebe uma percentagem inferior ao sinal emitido.

ii) Pulso-eco: no caso de se utilizar apenas um cristal emissor/receptor, a medida do sinal de retorno deve ser feita quando o transdutor não está emitindo. Neste caso, as ondas ultra-sônicas devem ser pulsantes. O cristal recebe o sinal de retorno no intervalo da pulsação, caso contrário, não será detectado.

iii) Duplo cristal: os cristais emissor e receptor estão no mesmo transdutor.

iv) Transdutor angular: o cristal emissor ou receptor é montado em ângulo diferente de 90°.

## **4.2.1 Principais variáveis da técnica de ultra-som**

### *4.2.1.1 Velocidade*

Quando partículas atômicas ou moleculares de um material elástico são deslocadas das suas posições de equilíbrio por uma força aplicada, uma tensão interna atua para restaurar as partículas nas suas posições originais. Devido às forças interatômicas entre partículas adjacentes de um material, um deslocamento em um ponto induz deslocamentos em pontos vizinhos e assim por diante, propagando uma onda tensão-deformação. O deslocamento real produzido pelas ondas ultra-sônicas é muito pequeno. Os conceitos de comprimento de onda, ciclo, frequência, amplitude, velocidade e atenuação aplicam-se em ondas ultra-sônicas assim como em qualquer onda sonora. A relação entre velocidade  $V$ , frequência  $f$  e comprimento de onda  $\lambda$  é dada pela Equação 4.42.

$$V = f \cdot \lambda \qquad \text{Equação 4.42}$$

Dependendo da maneira pela qual ocorre o deslocamento das partículas, as ondas ultra-sônicas podem ser classificadas em longitudinais, transversais, superficiais e ondas de placa (*Lamb waves*).

### Ondas longitudinais

Também conhecidas como ondas de compressão, é o tipo de onda ultra-sônica mais comumente usado na inspeção de materiais. Propagam-se através do material como uma série alternada de compressões e rarefações nas quais as partículas vibram na direção da propagação da onda. A Figura 4.13 apresenta uma representação deste tipo de onda. O eixo vertical pode representar pressão ou deslocamento da partícula e o eixo horizontal pode representar tempo ou distância, uma vez que a velocidade do som em um determinado material é constante. Esta relação é utilizada nas medidas de velocidade de ultra-som.

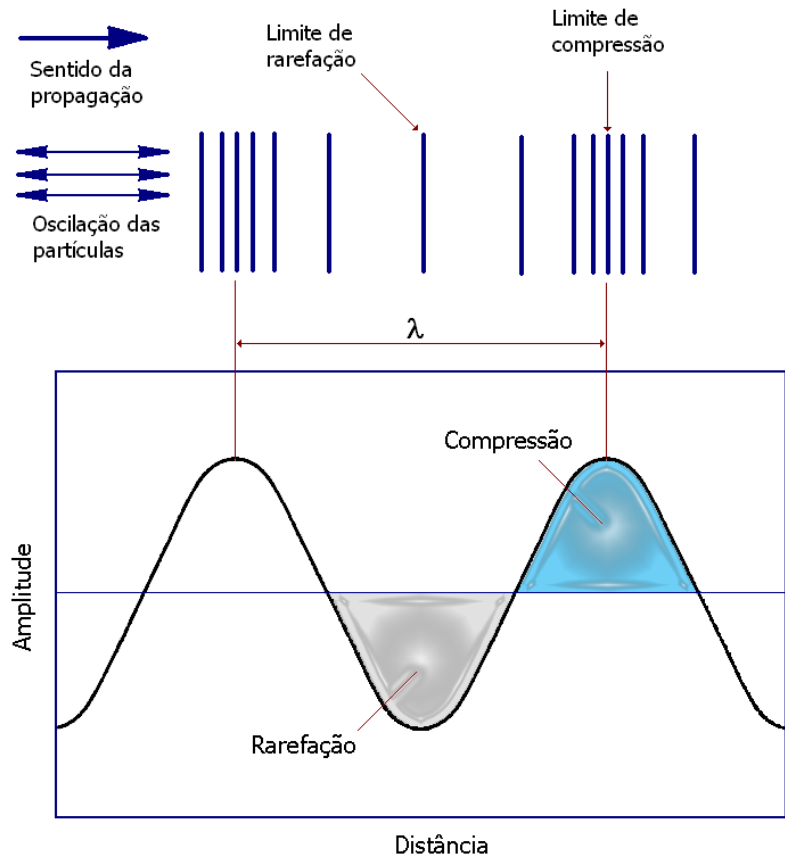


Figura 4.13 – Representação esquemática de uma onda ultra-sônica longitudinal [59].

### Ondas transversais

As ondas transversais seguem a analogia de uma corda vibrando ritmadamente, na qual, cada partícula vibra para cima e para baixo no plano perpendicular a direção de propagação. Uma onda transversal está representada na Figura 4.14 que apresenta esquematicamente as oscilações das partículas, a frente de onda, a direção de propagação da onda e o correspondente comprimento de onda. Ao contrário das ondas longitudinais, a propagação das ondas transversais necessita que as interações entre as partículas vizinhas sejam de natureza forte, não se propagando em meios onde tal não ocorre (gases e líquidos). A velocidade de propagação da onda transversal é aproximadamente a metade da velocidade de propagação da onda longitudinal.

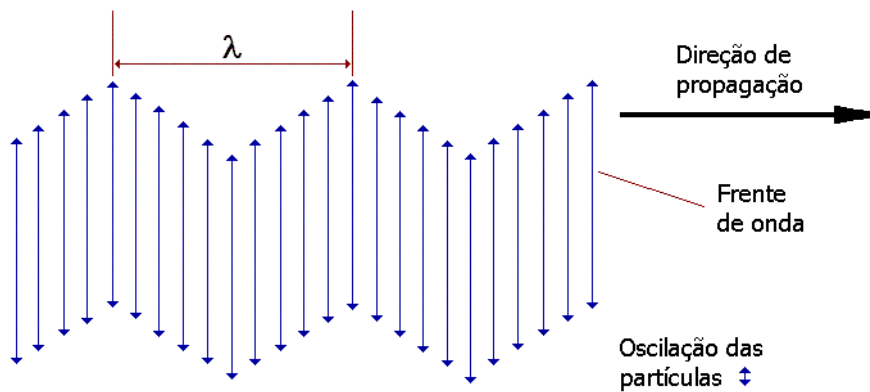


Figura 4.14 – Representação esquemática de uma onda ultra-sônica transversal [59].

### Ondas superficiais

Também conhecidas como ondas Rayleigh, são ondas que se propagam através de superfícies planas ou curvadas em sólidos relativamente espessos. Para a propagação deste tipo de ondas, deve haver uma interface entre forças fortemente elásticas de um sólido e forças elásticas praticamente inexistentes de um meio gasoso ou líquido. Propagam-se com velocidade de aproximadamente 90% da velocidade das ondas transversais no mesmo material. A região na qual estas ondas se propagam com energia efetiva não ultrapassa a espessura de 1 comprimento de onda no interior do material. A oscilação das partículas segue normalmente uma órbita elíptica, onde, o eixo maior é perpendicular à superfície e o eixo menor é paralelo à direção de propagação. As ondas superficiais podem existir em formas complexas que são variações da forma simplificada ilustrada na Figura 4.15.

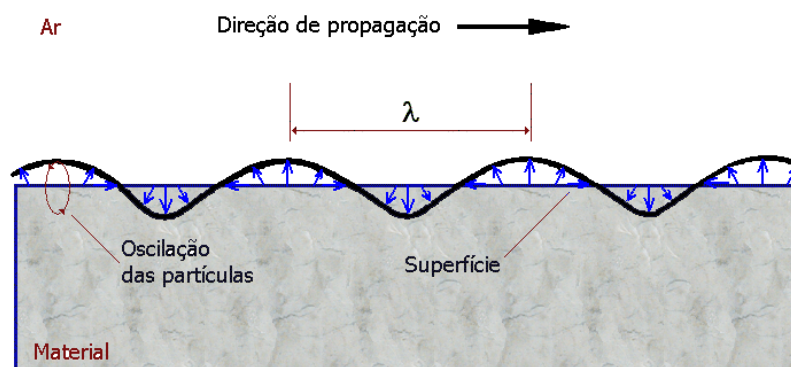


Figura 4.15 – Representação esquemática da onda ultra-sônica superficial [59].

## Ondas de placa

Também conhecidas como ondas Lamb, propagam-se em materiais que tenham apenas alguns comprimentos de onda de espessura. Consistem de uma vibração complexa que ocorre através de toda a espessura do material. O movimento das partículas envolvidas ainda não foi estabelecido inequivocamente. Um dos tipos básicos está esquematizado na Figura 4.16.

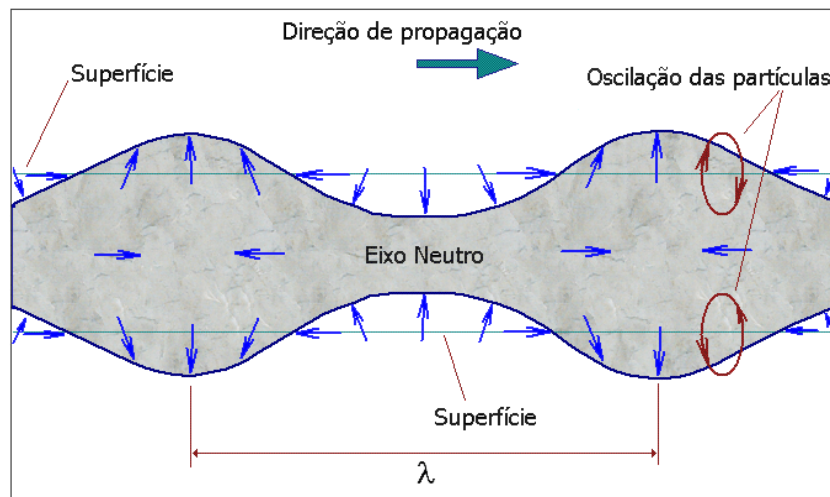


Figura 4.16 – Representação esquemática da onda ultra-sônica de placa [59].

### *4.2.1.2 Atenuação*

Quando um pulso ultra-sônico passa através de um material, alguma energia é perdida devido a mecanismos de atenuação, tais como, absorção por fricção interna e espalhamento nas superfícies. A atenuação total aumenta tanto com a frequência quanto com a espessura do material atravessado, tendo unidades de  $\text{dB}\cdot\text{MHz}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ . Além disso, quando a frequência aumenta, a resolução de um sinal de ultra-som aumenta. A frequência de medida deve ser otimizada em função da atenuação e da resolução de sinal. As frequências de ultra-som transmitido e detectado são determinadas pelas características do transdutor usado. A amplitude dos sinais de um transdutor será máxima na frequência nominal decrescendo à medida que se afasta desta.

A atenuação é imposta às ondas elásticas por características intrínsecas dos materiais nos quais se propagam e pela divergência (difração) do feixe ultra-sônico.

Considerando-se somente o efeito dos materiais sobre as ondas ultra-sônicas, a atenuação segue uma lei exponencial:

$$A = A_0 \cdot e^{-\alpha W} \quad \text{Equação 4.43}$$

onde **A** é uma grandeza de interesse,  $\alpha$  é o coeficiente de atenuação em *nepers* por unidade de comprimento e **W** a distância percorrida [53].

Nesta expressão, **A<sub>0</sub>** pode ser a amplitude da onda propaganda em uma determinada posição inicial. A amplitude **A** é a amplitude reduzida depois que a onda percorreu uma distância **W** a partir da posição inicial. A quantidade  $\alpha$  é o coeficiente de atenuação da onda na direção da propagação. As dimensões são *nepers* por unidade de comprimento, onde *neper* é uma quantidade adimensional. Estas unidades podem ser convertidas para decibéis por unidade de comprimento dividindo-se por 0,1151. O decibel é uma unidade mais comum quando se relacionam as amplitudes de dois sinais [54].

A atenuação é geralmente proporcional ao quadrado da freqüência da onda sonora. Os valores de atenuação são normalmente relacionados a uma dada freqüência, ou deve-se considerar um valor médio para mais de uma freqüência. O valor real do coeficiente de atenuação é altamente dependente da maneira como o material foi produzido. Assim, os coeficientes de atenuação devem ser criteriosamente utilizados. Geralmente, um valor confiável da atenuação só pode ser obtido pela determinação experimental para um determinado material.

Os materiais atenuam a radiação ultra-sônica pelo resultado combinado de dois efeitos: a absorção e o espalhamento. A absorção ocorre através de uma série de mecanismos, sendo mais significativos: a degeneração da energia em calor devido ao efeito amortecedor das discordâncias sobre as ondas ultra-sônicas e a histerese elástica. A absorção aumenta com a freqüência, mas com uma taxa menor que o espalhamento.

O espalhamento ocorre quando uma onda elástica atinge as bordas de uma fase com propriedades diferentes daquelas do meio anterior. A perturbação gerada dentro da heterogeneidade origina novas ondas (difração) no meio circundante.

Os materiais são heterogêneos por natureza. Em especial, os meios



policristalinos são formados por uma matriz de cristais elasticamente anisotrópicos, cujos eixos cristalográficos, em geral, estão desorientados uns em relação aos outros. Assim, uma onda que se propague em uma determinada direção, encontrará propriedades elásticas diferentes e, portanto, impedâncias acústicas diferentes a cada contorno de grão, ocasionando o espalhamento.

No caso dos grãos terem um tamanho muito maior que o comprimento de onda, o espalhamento pode ser visualizado geometricamente – ao atingir o contorno de grão, o feixe de onda divide-se em vários outros tipos de ondas refletidas e transmitidas. Este processo repete-se continuamente originando um efeito de natureza idêntica ao de um feixe de luz dispersado na neblina.

Para cristais equiaxiais, a dependência entre frequência, tamanho de grão e atenuação foi resumida por Papadakis [55]:

$$\lambda \gg 2\pi \cdot D \quad \text{Região de Rayleigh} \quad \alpha = A_1 \cdot f + B_1 \cdot D^3 \cdot f^4 \quad \text{Equação 4.44}$$

$$\lambda \sim 2\pi \cdot D \quad \text{Região estocástica} \quad \alpha = B_2 \cdot D \cdot f^2 \quad \text{Equação 4.45}$$

$$\lambda \ll 2\pi \cdot D \quad \text{Região difusiva} \quad \alpha = A_3 \cdot f + C_3 \cdot f^2 + B_3/D \quad \text{Equação 4.46}$$

onde:  $\lambda$  é o comprimento de onda;  $\alpha$  é o coeficiente de atenuação;  $D$  é a dimensão característica média dos cristais;  $A_i$ ,  $B_i$  e  $C_i$  são constantes do material;  $f$  é a frequência. Os termos com as constantes  $A_i$  são perdas por histerese elástica, com  $B_i$  são perdas por espalhamento e com  $C_i$  as perdas termoelásticas.

Em materiais ideais, com coeficiente de atenuação nulo, as ondas ultra-sônicas sofrem atenuação exclusivamente devido à divergência da onda (difração). Com esta condição, as ondas planas não são atenuadas, enquanto que as ondas esféricas sofrem uma atenuação inversamente proporcional à distância da fonte, no caso da pressão acústica, e ao quadrado da distância, no caso da intensidade. Tal resultado, que pode ser derivado a partir de considerações de conservação de energia, é dado por:

$$p = p_0 \cdot \pi \cdot N/a \quad \text{Equação 4.47}$$

onde:  $p$  é a pressão acústica à distância  $a$ ;  $p_0$  é a pressão inicial;  $N$  é o comprimento do campo próximo.

No campo distante, os efeitos atenuadores da difração e dos materiais devem ser considerados simultaneamente, através do produto das Equação 4.43 e Equação 4.47.

$$p = p_0 \cdot \pi \cdot N / a \cdot e^{-\alpha W} \quad \text{Equação 4.48}$$

### Absorção

Ocorre absorção de energia sonora principalmente pela conversão da energia mecânica em calor. Um movimento elástico dentro de uma substância resultará em aquecimento durante a compressão e resfriamento durante a rarefação. Como o calor flui muito mais lentamente que as ondas ultra-sônicas, as perdas térmicas ocorrem, o que progressivamente reduz a energia de propagação das ondas. Adicionalmente, certas perdas podem ser causadas por efeitos de histerese elástica devido aos deslocamentos cíclicos em grãos ou fronteiras de grãos [56].

A absorção pode ser tomada como um obstáculo ao movimento das partículas. Esta ação é mais pronunciada quando as oscilações são mais rápidas, isto é, altas frequências. Para a maioria dos materiais, as perdas por absorção aumentam diretamente com o aumento da frequência.

### Espalhamento

Em meios homogêneos, as ondas sonoras, analogamente às ondas eletromagnéticas, propagam-se diretamente da fonte com uma perda estável de energia devida à absorção pelo meio. Em meios heterogêneos, um desvio qualitativo nas características de propagação do som pode ser observado. As ondas sonoras são refletidas, refratadas e difratadas na fase dispersa de tal maneira que cada partícula age como uma nova fonte sonora, irradiando ondas sonoras em todas as direções. Este fenômeno ondulatório é chamado espalhamento. Diferentemente do espalhamento da luz, o espalhamento sonoro pode ser fortemente influenciado por efeitos de acoplamento mecânicos e térmicos entre as fases contínua e dispersa. Isto é consequência da natureza física das ondas sonoras, as quais nada mais são que propagação de distúrbios do equilíbrio compressional, coincidentes com variações de temperatura [57]. Os efeitos de acoplamento mecânico e térmico influenciam a propagação das ondas de duas maneiras: alteram o perfil de espalhamento; e são de

natureza dissipativa, reduzindo a quantidade total de energia ondulatória como absorção. A magnitude de cada efeito individual depende das propriedades do material das fases envolvidas, bem como do tamanho de partícula.

Partículas pequenas agem como radiadores isotrópicos de som ao mesmo tempo em que promovem uma troca de calor não estacionária com o fluido. A atenuação é quase que completamente determinada pelos processos dissipativos de acoplamento, os mecanismos de perdas térmicas e viscoinerciais. Contrariamente a isto, partículas muito grandes, quando comparadas com o comprimento da onda sonora, apenas produzem uma sombra sonora na direção de propagação, o que é evidenciado pelo som difratado.

O espalhamento, assim como a dissipação, contribui para a extinção da onda sonora na direção de propagação resultando na atenuação sonora mensurável. Ambos os efeitos, além da absorção do som pelas fases, dependem da relação entre o tamanho da partícula e o comprimento de onda. Isto oferece a oportunidade de calcular distribuição de tamanhos de partículas de sistemas dispersos pelas medidas de atenuação acústica.

#### *4.2.1.3 Freqüência*

A freqüência das ondas ultra-sônicas utilizadas afeta os resultados dos ensaios de várias maneiras. Geralmente, um balanço entre os efeitos favoráveis e adversos deve ser considerado para minimizar as limitações impostas pelos equipamentos e materiais de teste [58].

A sensibilidade, ou seja, a capacidade do sistema de ultra-som de detectar uma descontinuidade muito pequena, é geralmente aumentada pelo uso de freqüências mais altas (menores comprimentos de onda). A resolução, ou seja, a capacidade do sistema de separar as indicações de descontinuidades muito próximas, tanto em profundidade quanto lateralmente, não é afetada pela freqüência. A penetração, isto é, a máxima penetração para detecção, é reduzida pelo uso de altas freqüências. Este efeito é mais pronunciado na inspeção de materiais com grãos mais grosseiros ou heterogeneidades muito pequenas, devido ao espalhamento resultante das ondas ultra-sônicas. O espalhamento do feixe, ou seja, a divergência do feixe de ondas

ultra-sônicas em relação ao eixo central, também é afetada pela frequência.

Sensibilidade, resolução, penetração e espalhamento do feixe ultra-sônico são principalmente determinados pela seleção do transdutor e apenas levemente modificados pelas alterações das outras variáveis de teste [59].

#### 4.2.1.4 Impedância acústica

Quando as ondas de ultra-som viajando através de um meio atingem a interface de outro meio, uma porção da energia acústica é refletida, enquanto que, o restante da energia é transmitida para o segundo meio. A característica que determina a proporção entre a energia refletida e transmitida é a impedância acústica dos dois materiais. Se as impedâncias dos dois materiais forem iguais, não haverá reflexão; se as impedâncias forem muito diferentes (por exemplo, metal e ar), poderá haver uma reflexão virtualmente completa.

A impedância acústica de uma onda longitudinal  $Z_L$  é definida como o produto da densidade  $\rho$  pela velocidade longitudinal  $V_L$ .

$$Z_L = \rho \cdot V_L \quad \text{Equação 4.49}$$

A porcentagem da energia incidente refletida pela interface entre dois materiais depende da razão entre suas impedâncias acústicas e do ângulo de incidência. Quando o ângulo de incidência é zero (incidência normal), o coeficiente de reflexão  $R$  é dado por:

$$R = \frac{I_r}{I_i} = \left[ \frac{(Z_2 - Z_1)}{(Z_2 + Z_1)} \right]^2 = \left[ \frac{(r - 1)}{(r + 1)} \right]^2 \quad \text{Equação 4.50}$$

onde  $r$  é a razão de impedâncias dos meios 1 e 2:  $Z_2/Z_1$ ;  $I_r$  é a intensidade do feixe refletido;  $I_i$  a intensidade do feixe incidente.

Como toda energia é refletida ou transmitida pode-se definir o coeficiente de transmissão pela relação  $R + T = 1$ . O coeficiente de transmissão  $T$  pode também ser calculado pela razão entre a intensidade do feixe transmitido  $I_t$  e a intensidade do feixe refletido  $I_r$ .

$$T = \frac{I_t}{I_i} = \frac{4Z_2 \cdot Z_1}{(Z_2 + Z_1)^2} = \frac{4r}{(r+1)^2} \quad \text{Equação 4.51}$$

As propriedades acústicas de alguns materiais estão listadas na Tabela 4.5, uma tabela mais completa, incluindo materiais metálicos, pode ser encontrada no Anexo D. As propriedades acústicas de materiais policristalinos são influenciadas por variações na estrutura e pelos processos de fabricação. Portanto, os valores destas propriedades devem ser tomados como um indicativo, podendo variar para amostras diferentes.

Tabela 4.5 – Propriedades acústicas de alguns materiais [60].

<b>Material</b>	<b><math>\rho</math></b> g/cm <sup>3</sup>	<b><math>V_L</math></b> m/s	<b><math>V_T</math></b> m/s	<b><math>Z_L \cdot 10^5</math></b> g/cm <sup>2</sup> s
Alumina	2,60	9810	ND	25,5
Tijolo	3,60	3650	2560	15,3
Argila	2,50	3480	3420	14,2
Concreto	2,30	3650	ND	6,9-10,4
Sílex	3,60	4260	2690	18,9
Vidro coroa (reg.)	2,60	5660	3520	14,5
Vidro coroa (pesado)	ND	5260	3260	ND
Vidro de quartzo	2,60	5570	3430	14,5
Vidro Janela	ND	6790	3430	ND
Vidro, Prato	2,75	5710	ND	10,7
Vidro, Pyrex	ND	5560	1980	ND
Granito	ND	3900	ND	ND
Gelo	0,9	3990	3260	16,4
Marfim	2,17	3010	ND	1,4
Mármore	1,54	6150	ND	9,5
Sal de rocha	ND	4780	ND	ND
Sal Rochelle	2,20	5360	3760	13,1
Safira	2,60	9800	ND	25,5
Sílica (fundida)	2,20	5960	ND	13,1
Ardósia	ND	4500	ND	ND
Enxofre (115° C)	ND	1350	ND	ND

#### 4.2.2 Apresentação dos resultados de ensaios pulso-eco

As informações dos resultados de ensaios de ultra-som podem ser apresentadas de três formas mais comuns [59]: *A-scan*, *B-scan* e *C-scan*. Cada uma fornece uma maneira diferente de observar e avaliar a região do material que está sendo inspecionado.

### A-scan

A apresentação *A-scan* mostra a quantidade de energia ultra-sônica recebida como uma função do tempo. A quantidade relativa de energia recebida é plotada no eixo vertical e o tempo decorrido (que pode ser relacionado com o tempo de deslocamento da energia sonora no material) no eixo horizontal. A maioria dos instrumentos com um mostrador *A-scan* permite que o sinal seja mostrado na sua forma original como um sinal de radiofrequência (RF), como um sinal de radiofrequência retificado ou como um sinal de radiofrequência positivo ou negativo. Em uma apresentação *A-scan*, o tamanho relativo das discontinuidades pode ser estimado pela comparação da amplitude do sinal obtido de um refletor desconhecido com a amplitude do sinal de um refletor conhecido. A profundidade do refletor pode ser determinada pela posição do sinal na varredura horizontal. A linha de base, para velocidades constantes, pode ser calibrada normalmente em unidades de comprimento.

A Figura 4.17 apresenta uma tela típica de um *A-scan* modo vídeo. O traçado apresenta um pico maior correspondente ao pulso inicial, mostrado à esquerda na tela e um pico um pouco menor correspondendo à primeira reflexão, à direita da tela. Entre estes dois picos aparecerão os ecos de quaisquer interfaces no interior da peça. Um pequeno pico correspondente a um defeito na peça também está ilustrado na Figura 4.17. A profundidade do defeito pode ser rapidamente estimada pela comparação visual da sua posição relativa às reflexões inicial e final.

Além da detecção e caracterização de defeitos, o *A-scan* pode ser usado também para medidas de espessura, velocidade do som em materiais de espessura conhecida, atenuação característica de materiais específicos e espalhamento do feixe ultra-sônico. Além da técnica convencional Pulso-Eco, o *A-scan* também pode ser usado com técnicas de transmissão, ou reflexão, que envolvem transdutores separados para transmissão e recepção.

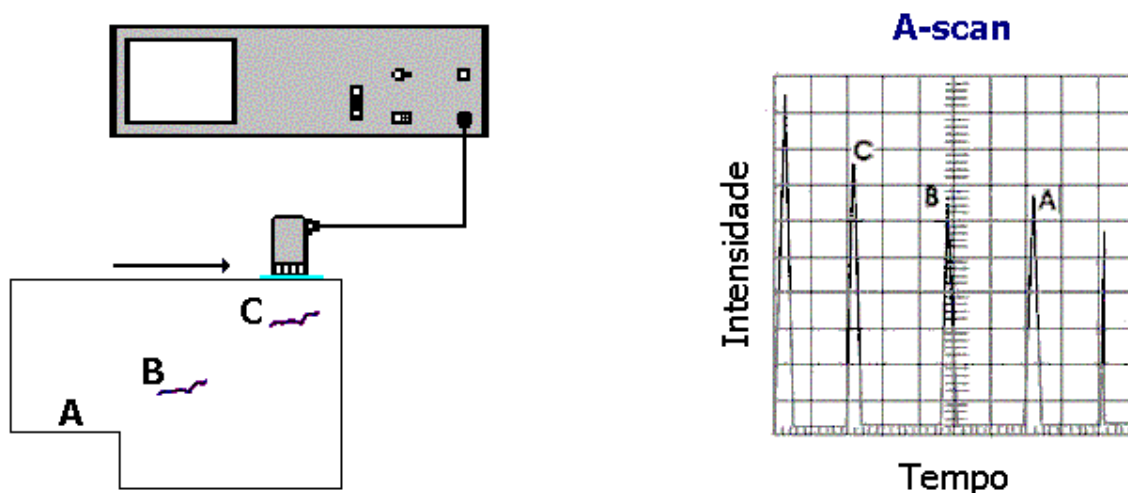


Figura 4.17 – Representação esquemática de um A-scan para um ensaio de ultrassom pulso-eco típico.

### B-scan

O B-scan é uma apresentação de tempo *versus* distância, na qual um dos eixos corresponde ao tempo decorrido enquanto que o outro eixo representa a posição relativa do transdutor ao longo de uma linha na superfície da peça em relação à posição inicial. A intensidade do eco não é medida diretamente como no A-scan, mas freqüentemente é indicada semi-quantitativamente pela intensidade do brilho na tela do equipamento. Portanto, apresentação B-scan é um perfil (seção transversal) da amostra. No modo B-scan, o tempo de deslocamento (ou tempo de vôo) da energia sonora é apresentado ao longo do eixo vertical e a posição linear do transdutor é apresentada no eixo horizontal. A partir do B-scan, a profundidade e as dimensões lineares dos refletores (descontinuidades) na direção de varredura podem ser determinadas. O B-scan é tipicamente produzido pelo ajuste de um gatilho no A-scan. Sempre que a intensidade do sinal é suficiente para acionar o gatilho, um ponto é produzido no B-scan. O gatilho é acionado pela reflexão do som na parede oposta da amostra e por refletores menores no interior do material. Na apresentação B-scan da Figura 4.18, a linha A é produzida quando o transdutor está sobre a parte de espessura menor da amostra.

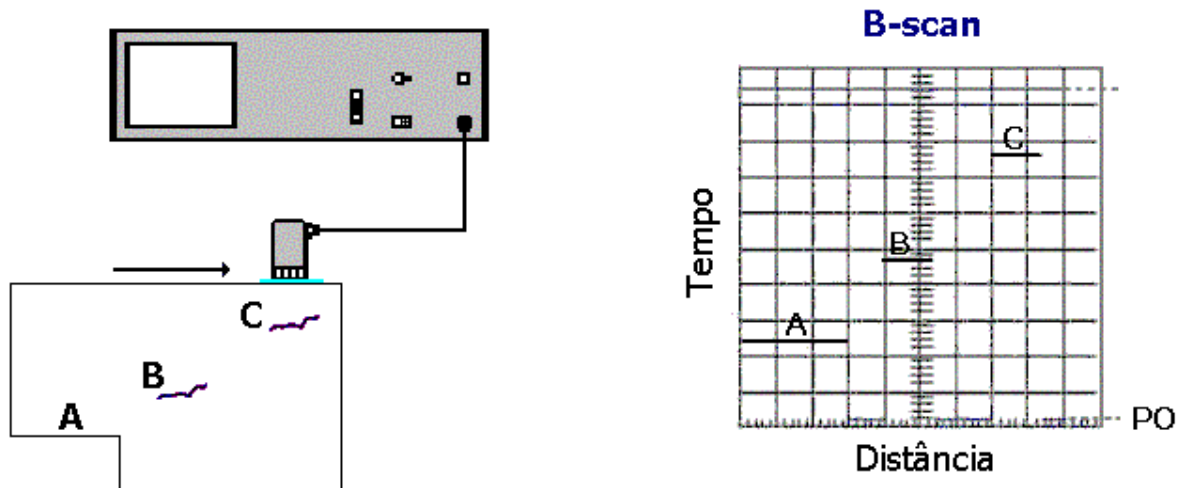


Figura 4.18 – Representação esquemática de um ensaio de inspeção por ultra-som típico utilizando a técnica *B-scan*.

Quando o transdutor se move para a direita nesta seção, a linha PO da parede oposta é produzida. Quando o transdutor está sobre os defeitos B e C, as linhas que representam o comprimento e profundidade das discontinuidades no material são desenhadas. Pode-se notar que uma limitação desta técnica é que um refletor pode ser mascarado por outro maior, mais próximo da superfície <sup>[61]</sup>.

Devido às suas características, a técnica *B-scan* encontra suas principais aplicações no campo da medicina. No entanto, pode ser utilizada em aplicações industriais quando se deseja um perfil da distribuição de defeitos ou da espessura de peças ao longo de uma direção.

### *C-scan*

A apresentação *C-scan* fornece uma vista planar da localização e tamanho das discontinuidades características da peça testada. O plano da imagem é paralelo ao padrão de varredura do transdutor. As apresentações *C-scan* são produzidas com um sistema de aquisição de dados automatizado. Tipicamente, um intervalo de coleta de dados é estabelecido com um *A-scan* e a amplitude ou o tempo de voo do sinal é registrado a intervalos regulares à medida que o transdutor se desloca sobre a peça (Figura 4.19).





Figura 4.19 - Representação esquemática de um ensaio de inspeção por ultra-som utilizando a técnica *C-scan*.

A amplitude relativa do sinal ou o tempo de deslocamento é mostrado como em uma escala de cinzas ou com cores associadas a cada uma das posições previamente registradas. A apresentação *C-scan* fornece uma imagem das discontinuidades que refletem e espalham o som no interior e sobre as superfícies da peça testada. Varreduras de alta resolução podem produzir imagens muito detalhadas.

#### **4.2.3 Ultra-som sem contato**

Apesar do grande desenvolvimento da técnica de ultra-som e de suas aplicações nos últimos anos, a maneira pelo qual o ultra-som é transmitido para a amostra a ser testada, ainda é um fator limitante. O uso de acoplantes para promover o contato físico do transdutor com a amostra impossibilita o emprego deste método para materiais sensíveis a este contato, geralmente um líquido ou um gel. Assim, materiais porosos, higroscópicos ou nos primeiros estágios do processo de fabricação, como é o caso dos materiais cerâmicos verdes, podem encontrar dificuldades para a aplicação do método [62, 63].

Adicionalmente, os métodos convencionais de contato para medidas acústicas a altas temperaturas apresentam muitas limitações. Algumas delas são (i) transdutores piezelétricos devem permanecer abaixo da sua temperatura de Curie; (ii) os

acoplantes normalmente utilizados apresentam um limite máximo de temperatura em torno de 500°C; (iii) flutuações de sensibilidade podem ser causadas por variações muito pequenas da espessura do acoplamento. A elevadas temperaturas, os acoplantes comuns têm a tendência de perder a viscosidade e evaporar resultando uma variação da espessura da camada de acoplamento [64].

#### 4.2.3.1 Ultra-som a laser

A geração de ondas elásticas através de um aquecimento localizado e transiente produzido por um laser pulsado foi proposta primeiramente por White [65] e desde então se tornou um vasto campo para pesquisas e aplicações. As ondas elásticas de ultra-som geradas por laser podem partir de dois princípios físicos distintos:

- dilatação localizada produzida pela absorção de um pulso laser, chamado efeito termoelástico (Figura 4.20a), ocorre quando a intensidade do laser é relativamente baixa (menor que  $10^6$  W/cm<sup>2</sup>);

- vaporização de uma pequena quantidade de material na superfície, produzida pela absorção do pulso de laser. A onda elástica neste caso é devida ao momento (ou reação) na expansão do material vaporizado (Figura 4.20b). Ocorre a partir de relativamente altas intensidades de laser (maior que  $10^7$  W/cm<sup>2</sup>).

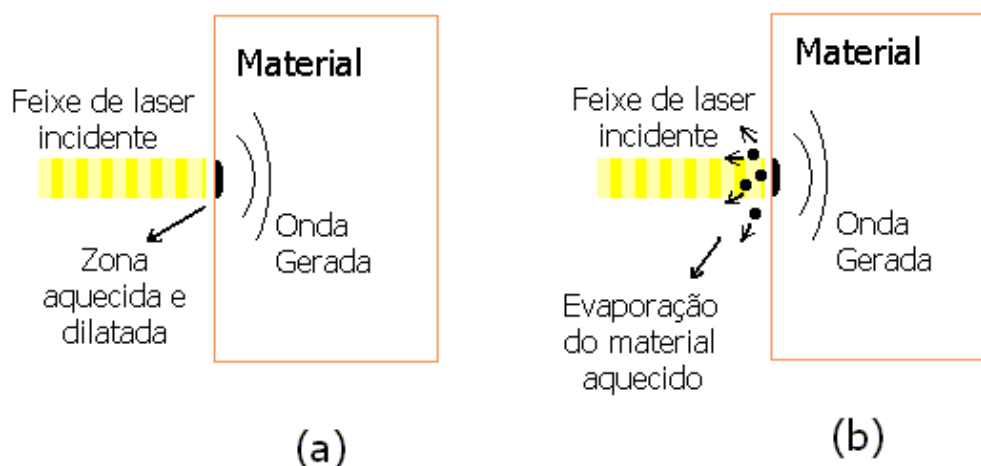


Figura 4.20 – Principais formas de geração de ultra-som por laser: (a) regime termoelástico; (b) momento transmitido na evaporação [33].

#### 4.2.3.2 Piezolétrico sem contato

Bhardwaj [62, 66, 67] relata o desenvolvimento recente de transdutores piezolétricos capazes de transmitir e receber o ultra-som através de uma camada de ar, nas freqüências comumente utilizadas para ensaios de ultra-som, com eficiência muito próxima aos transdutores de contato. Segundo o autor, o aspecto mais importante deste desenvolvimento foi a alta sensibilidade obtida para os novos transdutores. Por exemplo, quando comparados com um transdutor normal de contato em água, com todas as outras condições mantidas iguais, os transdutores convencionais apresentam um ganho apenas 30 dB maior na faixa de 100 kHz a 3 MHz. O autor apresenta ainda medidas de velocidade, espessura, defeitos, textura interna e superficial ou microestrutura, além de outros parâmetros dependentes do ultra-som, realizadas com sucesso com estes transdutores. Conclui dizendo que considera o ultra-som sem contato um dos mais significativos desenvolvimentos para caracterização e análise de todos os estados da matéria.

### 4.3 Ultra-som e materiais cerâmicos

O controle de qualidade *in situ* de corpos cerâmicos durante vários estágios da produção é crítico para as especificações de qualidade. O monitoramento apropriado e o entendimento do processo de sinterização são geralmente necessários para a obtenção da microestrutura cerâmica desejada. Os ensaios para determinação de propriedades mecânicas e microestruturais de cerâmicas pelos métodos convencionais são geralmente destrutivos e demorados. Na maioria dos casos a principal preocupação é a caracterização de estruturas completamente densificadas, uma vez que estruturas parcialmente sinterizadas são difíceis de manusear devido à sua pequena resistência [68, 69].

Medidas de velocidade e atenuação de ultra-som são as mais freqüentemente empregadas para caracterização de corpos cerâmicos. Até recentemente, a técnica de ultra-som podia ser apenas parcialmente aplicada para estruturas de grãos grosseiros, comparados aos materiais metálicos. Isto ocorria por que não havia instrumentos e transdutores capazes de realizar testes que requerem baixas

freqüências de operação. Além disso, os testes em materiais grosseiros estavam limitados à técnica de transmissão, que só podia ser aplicada a peças novas, pois uma vez montadas, as peças só são acessíveis por um único lado. O desenvolvimento de equipamentos e transdutores capazes de realizar testes com baixas freqüências possibilitou a utilização da técnica de pulso-eco para estes materiais [70].

#### 4.3.1 Medidas de velocidade

Segundo Bhardwaj *et alli* [68], a velocidade de ultra-som pode ser tratada como uma propriedade macroscópica e ser usada principalmente para determinação de propriedades elásticas, ainda que, em muitos casos, possa ser usada para determinar mudanças microestruturais. O monitoramento das mudanças de velocidade do ultra-som durante a sinterização pode servir como um método indireto de determinação da taxa de densificação.

O módulo de elasticidade de **E** está relacionado com a velocidade do som no material **V** por [41, 71]:

$$V=(E/\rho)^{1/2} \quad \text{Equação 4.52}$$

onde  $\rho$  é a densidade do material.

Ou, de forma mais completa, pode ser obtido, também, através do cálculo do coeficiente de Poisson  $\mu$  diretamente relacionado com as velocidades longitudinal e transversal da onda ultra-sônica **V<sub>L</sub>** e **V<sub>T</sub>** [72]:

$$\mu = \frac{0.5 \cdot (V_L/V_T)^2 - 1}{(V_L/V_T)^2 - 1} \quad \text{Equação 4.53}$$

E para o módulo de elasticidade **E**, em função da velocidade longitudinal (Equação 4.54) [72, 73, 74], e em função da velocidade transversal (Equação 4.55) [74, 75]

$$E = \rho \cdot V_L^2 \cdot \frac{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}{(1 - \mu)} \quad \text{Equação 4.54}$$

$$E = \rho \cdot V_T^2 \cdot 2(1 + \mu) \quad \text{Equação 4.55}$$

Bhardwaj *et alli* [68, 69] discutem medidas de velocidade de ultra-som para caracterizar corpos de alumina porosos, parcialmente sinterizados e após densificação completa. No caso de corpos cerâmicos verdes, é necessário utilizar frequências relativamente baixas (5 MHz) para determinação das velocidades de ultra-som, por conta da alta atenuação. Ainda que seja esperado que a velocidade de ultra-som de corpos cerâmicos verdes seja uma função da densidade, não se sabe ao certo de que forma se comporta para amostras com a mesma densidade a verde, mas com diferentes empacotamentos. Uma avaliação contínua das medidas de velocidade em vários estágios da densificação pode trazer informações importantes sobre o estágio da evolução microestrutural. Os gráficos da Figura 4.21 apresentam a relação linear da velocidade de ultra-som em função da densidade do corpo cerâmico sugerida por Bhardwaj *et alli* [67] para uma alumina à verde e uma alumina sinterizada submetidas ao ensaio por ultra-som.

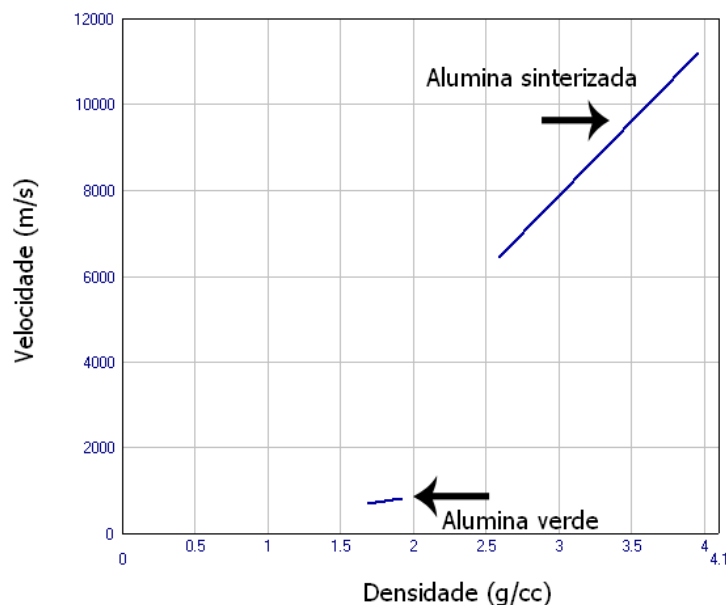


Figura 4.21 - Relação linear da velocidade de ultra-som em função da densidade do corpo cerâmico, sugerida por Bhardwaj *et alli* [67] para uma alumina à verde e uma alumina sinterizada submetidas ao ensaio por ultra-som.

A temperatura pode ser uma consideração importante quando se trata de medidas de velocidade de ultra-som. A relação da temperatura com a velocidade do ultra-som foi descrita por Maris [76] como:

$$\frac{\Delta V}{V} = -\frac{TC_v \gamma_{eff}^2}{2\rho V^2} \quad \text{Equação 4.56}$$

onde:  $C_v$  é o calor específico por unidade de volume,  $\rho$  é a densidade,  $V$  a velocidade do ultra-som e  $\gamma_{eff}$  é a média térmica dos tensores Grüneisen de primeira e segunda ordem.

### **4.3.2 Medidas de atenuação**

A propagação das ondas ultra-sônicas é influenciada pela microestrutura do material pelo qual se propaga. A velocidade das ondas ultra-sônicas é influenciada pelo módulo de elasticidade e pela densidade do material, que são, por sua vez, dependentes das quantidades relativas das várias fases e dos defeitos presentes. A atenuação do ultra-som, que é a soma da absorção e do espalhamento, depende principalmente da capacidade de amortecimento e espalhamento pela fronteira do grão no material. Contudo, para caracterizar completamente a atenuação, são requeridos conhecimentos de um grande número de parâmetros termofísicos que são difíceis de quantificar na prática [77].

Medidas relativas, tais como, alterações da atenuação e testes qualitativos simples são mais fáceis de fazer do que medidas absolutas. Medidas de atenuação relativas podem ser feitas pelo exame do decaimento exponencial das múltiplas reflexões da superfície oposta. Contudo, variações significativas das características microestruturais e das propriedades mecânicas freqüentemente produzem somente uma pequena mudança na velocidade e atenuação das ondas ultra-sônicas.

Medidas absolutas da atenuação são muito difíceis de se obter por que a amplitude do eco depende de fatores adicionais. O método mais comum para se obter resultados quantitativos é usar dois transdutores, um emissor e um detector, separados por uma distância conhecida. Variando-se a distância de separação, a atenuação pode ser medida pelas alterações na amplitude. Para se obter resultados confiáveis, a influência das condições de acoplamento deve ser cuidadosamente verificada. Para superar os problemas relacionados às medidas convencionais de atenuação ultra-sônica, parâmetros independentes das condições de acoplamento

são também utilizados, por exemplo, a razão entre as amplitudes dos picos de alta e de baixa frequência, foi utilizada para caracterização microestrutural de alguns materiais [59].

As medidas de atenuação têm a capacidade de detectar alterações microestruturais extremamente pequenas em um material durante testes de fadiga e podem ser utilizadas para previsão das falhas causadas por este esforço. No entanto, as medidas de atenuação são difíceis de se executar e interpretar diretamente devido à complexidade dos fatores que contribuem para alterar a atenuação dos materiais. Resumidamente, pode-se citar: espalhamento nos contornos de grão, difração, formação de trincas e pescoços, além, das variações causadas pelo próprio equipamento de medida, por exemplo, atrasos eletrônicos ou efeitos relacionados ao acoplamento que, via de regra, não podem ser evitados.

Perdas por difração dependem da geometria da peça, da frequência e do tamanho dos transdutores. O tamanho dos grãos tem uma substancial influência na atenuação ultra-sônica devido ao espalhamento nos contornos de grão causados pelas variações das orientações cristalográficas. Outros mecanismos também podem contribuir para as perdas de energia que ocorrem durante a propagação de ondas ultra-sônicas. Entre estes mecanismos, estão os efeitos termoelásticos e de aquecimento, interação com o domínio ferromagnético e espalhamento causado por defeitos pontuais. A multiplicidade destes mecanismos faz com que as medidas de atenuação absolutas sejam muito difíceis de se interpretar [78].

Já em 1956, Truel e Hikata [79] observaram mudanças no coeficiente de atenuação de um sinal acústico em função do número de ciclos de fadiga em uma amostra de alumínio policristalino. No mesmo ano, Granato e Lücke [80, 81] desenvolveram seu modelo de cadeia concatenada, uma teoria de amortecimento devido a discordâncias, e explicaram a mudança na atenuação e na velocidade acústica em função da mobilidade destas discordâncias.

Muitos pesquisadores mediram o coeficiente de atenuação  $\alpha$  em função dos ciclos de fadiga para amostras de aço e alumínio sujeitas a vários tipos de fadiga. Depois de um rápido aumento inicial, o coeficiente passa a aumentar linearmente durante os primeiros estágios da fadiga; aumenta gradualmente nos estágios

intermediários; e então aumenta muito rapidamente antes da fratura. O aumento inicial do coeficiente foi atribuído ao aumento da densidade de discordâncias no material, enquanto que o aumento final foi explicado pela ocorrência de microtrincas e seu subsequente crescimento [78].

O acoplamento é uma consideração importante quando se executa medidas de atenuação uma vez que a interface com o ar age como um defletor total. Para se obter um máximo de precisão, a técnica de acoplamento deve ser consistente. Isto se obtém utilizando-se um acoplante de relativamente baixa viscosidade, em quantidade suficiente apenas para conseguir uma leitura razoável, e aplicando o transdutor com pressão uniforme. A pressão ideal para obter resultados reproduzíveis, entre moderada e firme, só é obtida através da prática. Em geral, transdutores de diâmetros menores requerem menor força para remover o excesso de acoplante que os de maiores diâmetros. Em qualquer caso, uma inclinação do transdutor vai distorcer as reflexões e causar leituras errôneas [74].

Para minimizar os efeitos de um pressão de acoplamento variável Kenderian *et alii* [78] utilizaram um artefato que tinha como objetivo manter a pressão de contato constante entre o transdutor e a amostra. A Figura 4.22 mostra esquematicamente o aparelho desenvolvido para manter o transdutor em contato a pressão constante com a amostra durante o experimento.

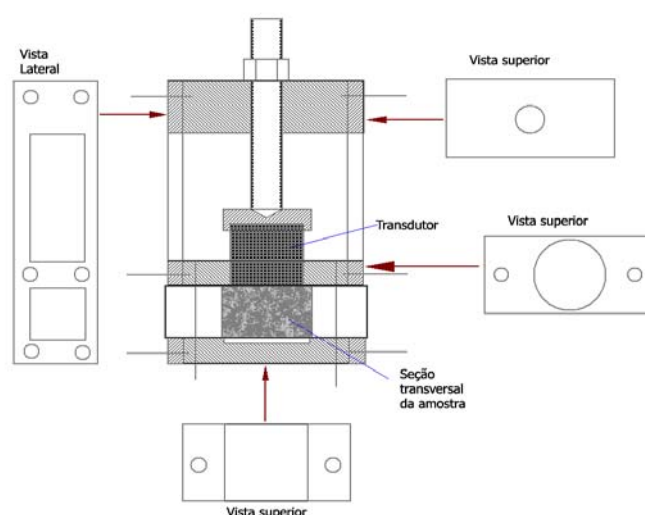


Figura 4.22 – Representação esquemática do equipamento desenvolvido para manter a pressão de acoplamento constante [78].



Na prática, a atenuação pode ser determinada pela avaliação das múltiplas reflexões vistas em uma típica apresentação *A-scan*. O número de decibéis entre dois sinais adjacentes é medido e o valor dividido pelo intervalo de tempo entre eles. Este cálculo produz um coeficiente de atenuação em decibéis por unidade de tempo  $U_t$ . Este valor pode ser convertido para *nepers* por unidade de comprimento pela Equação 4.57 [54].

$$\alpha = \frac{0,1151}{V} U_t \quad \text{Equação 4.57}$$

onde  $V$  é a velocidade do som em metros por segundo.

Alternativamente, Singh *et alli* [64] mediram o coeficiente de atenuação através do ajuste de uma exponencial para espectros RF obtidos tanto com ultra-som a laser como com cristais piezelétricos. Os autores destacam que os valores de coeficientes de atenuação obtidos para ambas as técnicas são bastante semelhantes e concluem que o ultra-som a laser pode ser usado para cálculo do coeficiente de atenuação da mesma forma que o ultra-som convencional com cristais piezelétricos. A Figura 4.23 mostra um exemplo do procedimento, onde o coeficiente de atenuação  $\alpha = 1$  dB/cm foi determinado para alumina utilizando-se um transdutor de quartzo. Os autores utilizaram três materiais: alumina, nitreto de silício e zircônia parcialmente estabilizada (Y-PSZ) e relatam que para a alumina e o nitreto de silício os valores de coeficientes de atenuação que mais se ajustaram à curva exponencial foram obtidos através do descarte do primeiro eco, enquanto que, para a zircônia, a curva exponencial tem um bom ajuste mesmo considerando-se o primeiro eco.

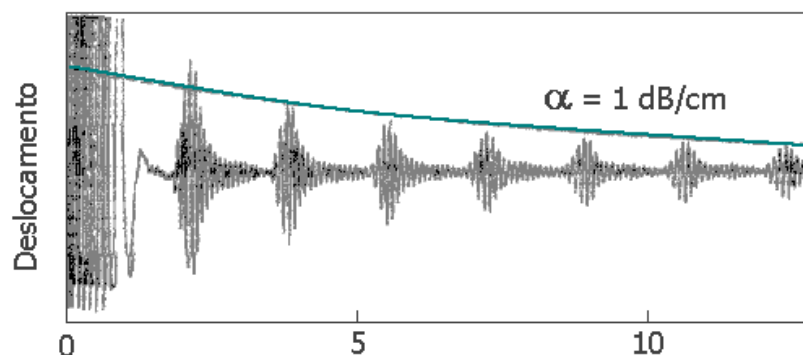


Figura 4.23 – Medida do coeficiente de atenuação por ajuste exponencial sobre o espectro RF [64].

### 4.3.3 Caracterização HL

Hull *et alii* [82] descrevem um método rápido, confiável e seguro para identificar e caracterizar materiais não metálicos baseado em análises de atenuação de ultra-som. A abordagem adotada permite identificar os níveis de porosidade em cerâmicas, tanto poros abertos como fechados.

A fim de medir a atenuação do ultra-som através de um material é necessário medir a redução da amplitude do sinal de ultra-som resultante da propagação. O método de medida de atenuação de ultra-som de banda larga (BUA) descreve o aumento da atenuação em um particular intervalo de frequência, tipicamente 0,2 MHz a 0,6 MHz.

A caracterização HL (Hull-Langton) para uma dada frequência, é fornecida pelas Equações 4.58 a 4.61:

$$\alpha = A/L, \quad \text{Equação 4.58}$$

onde **A** é a atenuação; **L** é a distância (mm) e  $\alpha$ , o coeficiente de atenuação (dB/mm).

$$t = L/V, \quad \text{Equação 4.59}$$

onde **t** é tempo e **V**, velocidade do som (mm/s) e assinatura **S**, dada por:

$$S = \alpha \cdot V = A/t \cdot (\text{dB/s}) \quad \text{Equação 4.60}$$

A análise pode ser otimizada através de medidas das velocidades da onda longitudinal  $V_L$  e da onda transversal  $V_T$ , além de medidas de atenuação para várias frequências.

O índice HL é então definido por:

$$HL = A/f \times 1/t = C/t \text{ (dB MHz}^{-1} \text{ s}^{-1}\text{)} \quad \text{Equação 4.61}$$

onde **C** é a inclinação da reta obtida no gráfico da atenuação em função da frequência (dB/MHz).

A técnica HL foi aplicada com sucesso para medidas de porosidade em materiais cerâmicos. Corpos cerâmicos com diferentes porosidades foram ensaiados por ultra-som e os resultados foram relacionados com os obtidos por testes de

absorção de água. Os desvios encontrados puderam ser atribuídos às diferenças entre poros abertos e fechados. Segundo os autores, a técnica HL é superior aos métodos correntes para determinação de porosidade em materiais cerâmicos e, como é não-destrutiva e é independente da espessura do material, é perfeitamente indicada para testes de controle de qualidade *on line* de produtos com formas complexas.

## 5 PARTE EXPERIMENTAL

Para o desenvolvimento deste trabalho, buscou-se uma metodologia que auxiliasse na compreensão dos fenômenos de interação entre as ondas ultra-sônicas e um material cerâmico representativo e de interesse industrial. O fluxograma da Figura 5.1 apresenta esquematicamente a metodologia utilizada para atender os objetivos deste trabalho.

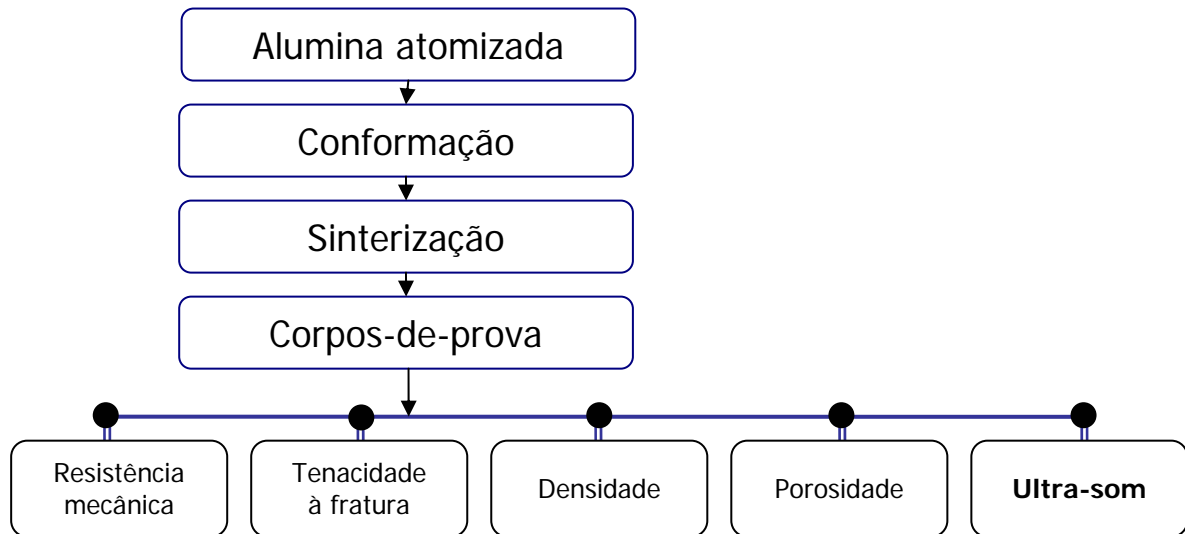


Figura 5.1 - Fluxograma da metodologia proposta.

### 5.1 MATERIAIS

A Tabela 5.1 apresenta os resultados da análise química por fluorescência de raios X realizada com o equipamento Shimadzu modelo XRF 1800 do material cerâmico à base de alumina utilizado na confecção dos corpos cerâmicos deste trabalho.

Tabela 5.1 – Análise química por fluorescência de raios X do material cerâmico à base de alumina utilizado neste trabalho.

Óxido	% massa
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	94,3
SiO <sub>2</sub>	0,7
MgO	2,3
CaO	2,3
Na <sub>2</sub> O	0,1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>T</sup>	0,2

## **5.2 MÉTODOS**

### ***5.2.1 Preparação dos corpos cerâmicos***

Os corpos cerâmicos foram preparados a partir da pesagem de cerca de 20 g de material atomizado.

### ***5.2.2 Conformação do material***

A conformação dos corpos cerâmicos ocorreu via processo de prensagem uniaxial. Para tanto, utilizou-se uma matriz com dimensões 60 x 20 mm<sup>2</sup>. Os corpos cerâmicos foram confeccionados utilizando-se a pressão de 40 MPa, exceto para o teste de compactação variável onde três diferentes pressões foram aplicadas: 20, 40 e 60 MPa.

### ***5.2.3 Sinterização***

A sinterização dos corpos cerâmicos foi realizada em forno de resistência elétrica tipo mufla, com taxa de aquecimento de 150 °C/h. As temperaturas de queima praticadas foram 1100, 1150, 1200, 1250, 1300, 1400, 1450, 1500 e 1600 °C, permanecendo nestas temperaturas por 3 horas (1100, 1150, 1200, 1250, 1300 °C) e 4 horas (1400, 1450, 1500, 1600 °C). O resfriamento ocorreu naturalmente no interior do forno a uma taxa aproximada de 300 K/h.

Para promover o crescimento de grão no material cerâmico investigado, recorreu-se à queima em forno industrial da Eliane Revestimentos S.A. em Cocal do Sul-SC. A queima ocorreu em um forno a gás, com patamar de 12 horas de queima a 1600 °C. Os corpos cerâmicos sofreram então 1, 2, 4 e 8 queimas sucessivas.

## **5.3 CARACTERIZAÇÃO DOS MATERIAIS**

### ***5.3.1 Resistência mecânica à flexão e tenacidade à fratura***

A determinação da resistência mecânica à flexão em quatro pontos  $\sigma_f$  e a determinação da tenacidade à fratura  $K_{Ic}$  foram realizadas em uma máquina

universal de ensaios ATS modelo 1105C. Para estes ensaios foram utilizados os corpos-de-prova confeccionados conforme mencionado no item anterior, que foram submetidos a um carregamento em quatro pontos. Todos os corpos-de-prova foram ensaiados com velocidade constante de avanço de 0,002 mm/s. A Figura 5.2 apresenta esquematicamente este ensaio (a seta indica o sentido de deslocamento do braço superior da máquina de ensaios).

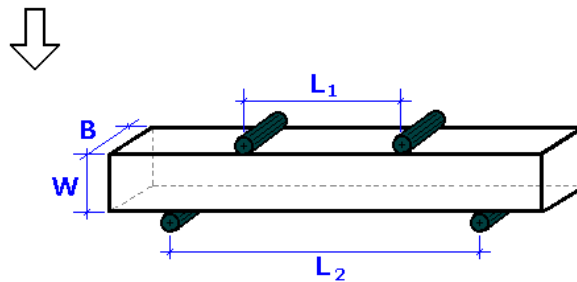


Figura 5.2 - Representação esquemática do ensaio de flexão a quatro pontos.

A resistência mecânica à flexão foi determinada utilizando-se a Equação 5.1.

$$\sigma_f = \frac{3 C_{\max} (L_2 - L_1)}{2 B \cdot W^2} \quad \text{Equação 5.1}$$

Os corpos-de-prova foram posicionados na máquina de ensaios e sofreram um aumento de carga até o rompimento. A carga máxima atingida no rompimento da peça  $C_{\max}$  foi registrada para obtenção da tensão de ruptura  $\sigma_f$  segundo a Equação 5.1.

Para o ensaio de determinação da tenacidade à fratura  $K_{Ic}$  três corpos-de-prova do conjunto sinterizado a 1450 °C receberam um entalhe prévio, introduzido por um disco de corte adiantado com espessura de 0,4 mm. O valor de  $K_{Ic}$  foi obtido pela aplicação da Equação 4.3, sendo o valor de  $c_0$  (comprimento da trinca inicial) medido após a ruptura do material por microscopia.

Nesta equação  $K_{Ic}$  é medido em  $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , a tensão de ruptura  $\sigma_f$  em MPa e o tamanho do entalhe  $c_0$  em metros.

A Figura 5.3 apresenta esquematicamente o corpo-de-prova preparado para este ensaio.

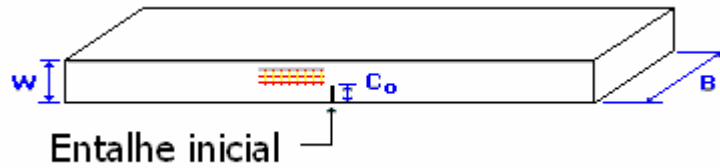


Figura 5.3 - Representação esquemática do corpo-de-prova preparado para ensaio de determinação da tenacidade à fratura  $K_{Ic}$ .

### 5.3.2 Ensaios de ultra-som

Para os ensaios de ultra-som foi utilizado o equipamento Krautkrämer modelo UN60 e um transdutor com frequência nominal de 4 MHz. O arranjo mostrado na Figura 5.4 foi utilizado para os testes com este equipamento.

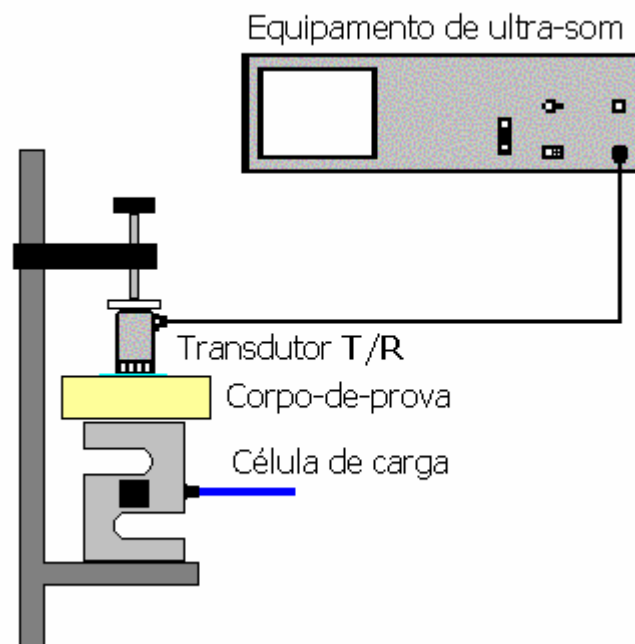


Figura 5.4 - Representação esquemática do ensaio de ultra-som por pulso-eco utilizado.

Os corpos cerâmicos foram posicionados conforme o esquema da Figura 5.4 que apresenta a montagem utilizada tem como objetivo manter uma pressão de acoplamento constante e igual para todos os corpos cerâmicos. O espectro mostrado na tela do equipamento foi então registrado com câmera digital.

A imagem resultante foi tratada via *software* para corrigir distorções

provenientes da angulação da câmera. O resultado é um conjunto de picos na escala do equipamento. A Figura 5.5 apresenta um exemplo do procedimento.

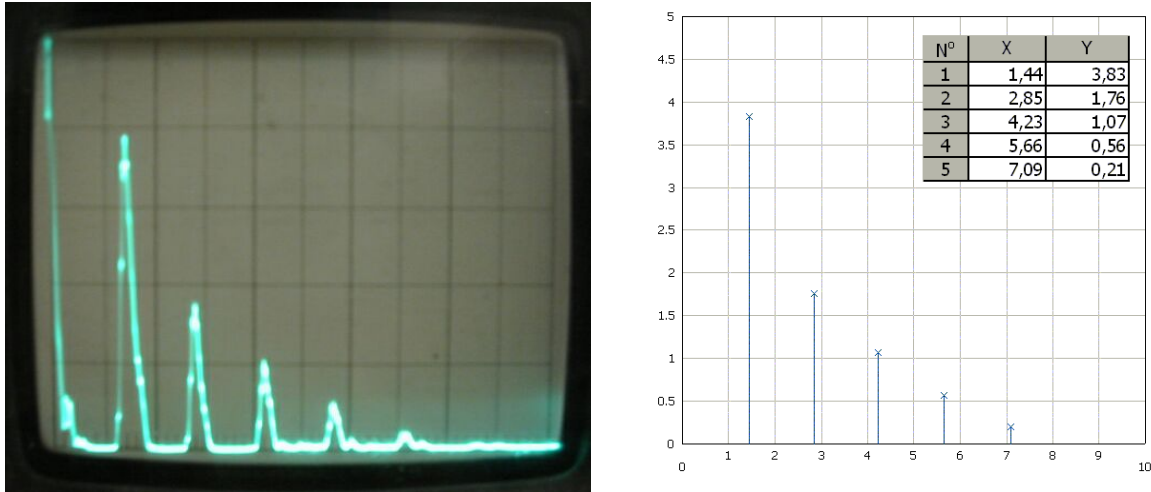


Figura 5.5 – Espectro obtido no equipamento e o resultado do tratamento da imagem.

O conjunto de picos assim obtidos tem escala relativa. Para padronização foi utilizado um osciloscópio. Uma amostra padrão teve sua velocidade de ultra-som medida diretamente no osciloscópio. Com o espectro obtido para o padrão, é possível determinar um fator de conversão para o eixo horizontal -  $f_c$  em ms/div - para ser utilizado em cada ensaio com o equipamento.

Determinou-se, então, a velocidade das ondas ultra-sônicas nos corpos cerâmicos dos diferentes materiais através da medida do tempo médio gasto para percorrer a distância conhecida entre as duas superfícies paralelas das amostras, de acordo com a Equação 5.2.

$$V_L = 2W/\Delta t = 2 \times \text{espessura da amostra} / (\text{n}^\circ \text{ de divisões} \times f_c) \quad \text{Equação 5.2}$$

Para as medidas do coeficiente de atenuação, utilizou-se a distância no eixo horizontal e a intensidade medida no eixo vertical. Com a aplicação do método dos mínimos quadrados, é possível a obtenção do valor do coeficiente  $\alpha$  e de  $A_0$  da equação  $A = A_0 \cdot e^{-\alpha W}$  através da substituição de variáveis (Equação 5.3).

$$A = A_0 \cdot e^{-\alpha W} \Rightarrow \ln(A) = \ln(A_0) - \alpha W \Rightarrow \ln(A) = -\alpha W + \ln(A_0) \quad \text{Equação 5.3}$$



e, tomando-se  $y = \ln(A)$  e  $b = \ln(A_0)$ , tem-se a equação da reta:  $y = -\alpha W + b$ , que pode ter seus coeficientes calculados pelo método dos mínimos quadrados.

A Figura 5.6 apresenta um exemplo do cálculo do coeficiente de atenuação.

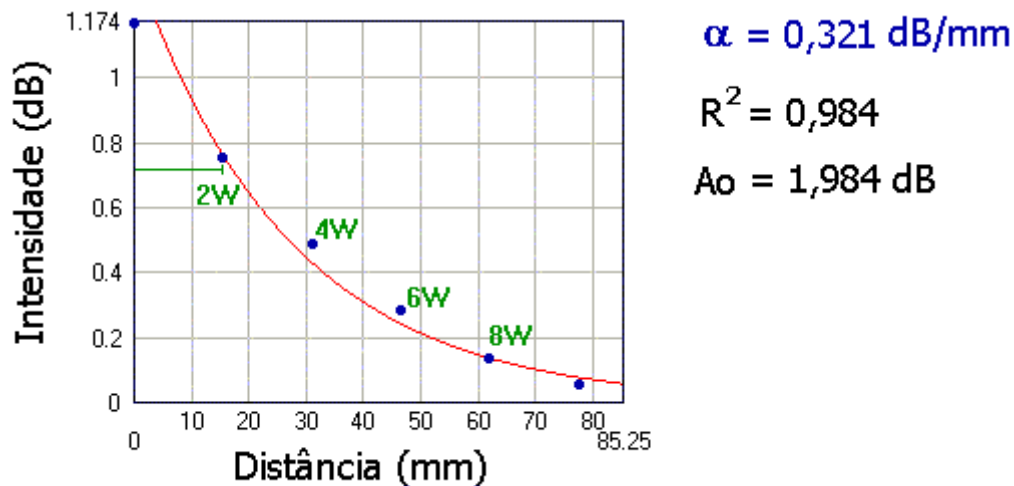


Figura 5.6 – Exemplo de cálculo do coeficiente de atenuação.

Todos os corpos cerâmicos produzidos tiveram sua velocidade e coeficiente de atenuação avaliados com o transdutor de frequência nominal de 4 MHz. Os corpos cerâmicos produzidos com temperaturas de sinterização de 1100, 1200 e 1300°C também tiveram velocidade e coeficiente de atenuação avaliados com um transdutor de frequência nominal de 2 MHz.

### **5.3.3 Resistência ao choque térmico**

Para medir a resistência ao dano por choque térmico, utilizou-se um procedimento padronizado em forno elétrico tipo mufla. Os corpos cerâmicos foram colocados no forno pré-aquecido na temperatura de teste e permaneceram nesta temperatura por aproximadamente 40 min, quando, então, foram resfriados bruscamente através da imersão dos corpos cerâmicos em água mantida a 0 °C. A Figura 5.7, apresenta um esquema do procedimento utilizado.

Foram utilizados 4 corpos-de-prova do conjunto sinterizado a 1450°C para cada uma das temperaturas de teste (200, 300, 400 e 500°C). Posteriormente, os corpos-de-prova foram secos em estufa com circulação de ar e, então, foram submetidos aos ensaios de ultra-som e resistência mecânica, conforme descrito em itens anteriores.

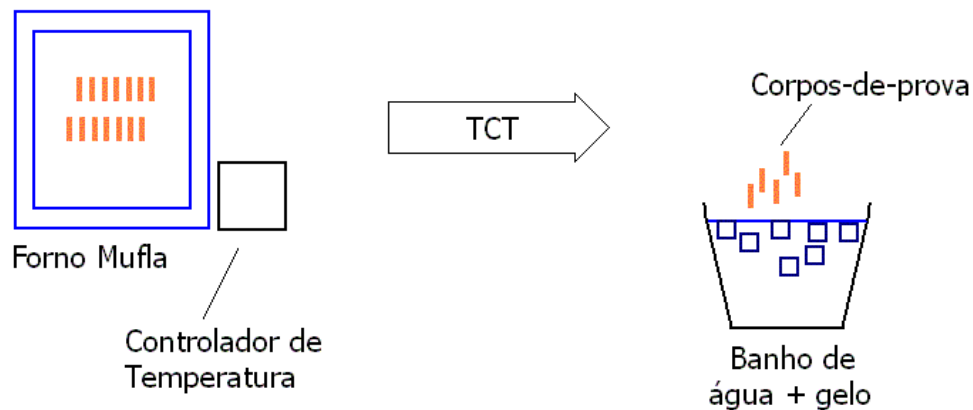


Figura 5.7 – Representação esquemática da metodologia utilizada para realização do choque térmico.

#### **5.3.4 Porosidade aparente**

A porosidade aparente  $P_{ap}$  foi determinada pelo método de absorção de água utilizando-se a Equação 5.4,

$$P_{ap} = \left[ \frac{m_u - m_s}{m_u - m_i} \right] \cdot 100 \quad \text{Equação 5.4}$$

onde,  $m_u$ : massa do corpo úmido;  $m_s$ : massa do corpo seco;  $m_i$ : massa do corpo imerso.

Os corpos-de-prova foram pesados em balança analítica e colocados em água durante 24 h. A seguir, o peso úmido foi obtido pela pesagem direta do corpo-de-prova úmido e o peso imerso obtido pela pesagem do corpo-de-prova imerso em água.

### **5.3.5 Densidade aparente**

A densidade aparente dos corpos-de-prova foi obtida através determinação de suas massas em balança analítica e das medidas de suas dimensões realizadas com paquímetro digital.

### **5.3.6 Dilatação térmica linear**

Para o acompanhamento do comportamento do material frente à dilatação térmica e determinação de seu coeficiente de dilatação térmica linear  $\alpha$ , foi utilizado um dilatômetro HARROP TODA 726-SC. O coeficiente de dilatação linear é definido pela Equação 5.5.

$$\alpha = \frac{\Delta L}{L_0 \cdot \Delta T} \quad \text{Equação 5.5}$$

onde,  $\Delta L$  é a variação dimensional do corpo-de-prova,  $L_0$  é o comprimento inicial do corpo-de-prova e  $\Delta T$  a diferença de temperatura.

O gráfico da Figura 5.8 apresenta a curva termodilatométrica do corpo cerâmico investigado neste trabalho. Foi utilizado um corpo-de-prova sinterizado previamente a 1600°C.

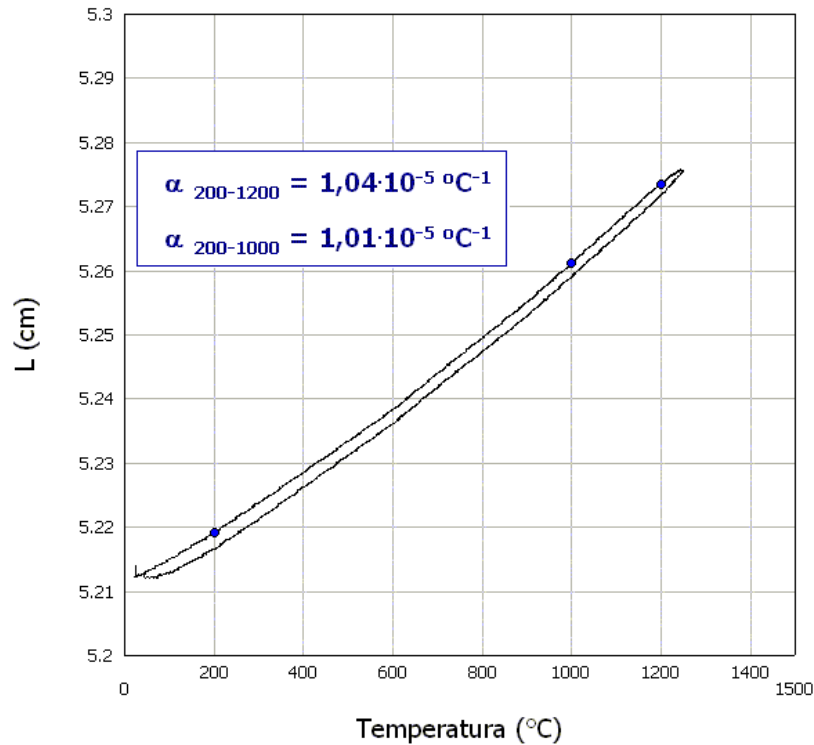


Figura 5.8 - Dilatação térmica linear de corpo-de-prova sinterizado a 1600°C.

### 5.3.7 Análises da microestrutura

A microestrutura dos corpos cerâmicos investigados foi caracterizada quanto ao tamanho de grão, tamanho, morfologia, distribuição de poros e defeitos utilizando-se microscopia eletrônica de varredura e microscopia óptica. Os equipamentos empregados foram respectivamente o microscópio eletrônico de varredura Philips modelo XL20 e o microscópio óptico Olympus, modelo BX51M.

Para análises por microscopia óptica, as amostras dos corpos cerâmicos foram preparadas através de embutimento em resina acrílica e polimento [83]. Para as análises de microscopia eletrônica de varredura, a resina foi removida, as amostras foram fixadas em um porta-amostra apropriado e recobertas com uma fina camada de ouro para promover a condutividade elétrica necessária ao método.

## 5.4 ERRO DAS MEDIDAS EXPERIMENTAIS

Para análise do erro das medidas foi utilizado o método de Kleine e Mc Clintock. Neste método o erro experimental é função das variáveis medidas conforme a Equação 5.6.

$$\Delta F = ((\partial F / \partial L_1 \cdot \Delta L_1)^2 + (\partial F / \partial L_2 \cdot \Delta L_2)^2 + (\partial F / \partial L_3 \cdot \Delta L_3)^2 + \dots + (\partial F / \partial L_0 \cdot \Delta L_0)^2)^{0.5} \quad \text{Equação 5.6}$$

Nesta função  $\Delta F$  é o erro da função calculada e as variáveis  $L_i$  são as grandezas medidas [84].

Para as medidas de densidade o erro será função da imprecisão da balança utilizada, que é de  $\pm 0,01g$ , e do paquímetro, que é  $\pm 0,02$  mm, do valor medido. Neste caso, as medidas apresentam erro da ordem de 0,2%.

Para a resistência mecânica do material, calculada utilizando-se a Equação 5.1, o erro é função das medidas feitas com o paquímetro e da imprecisão da máquina de ensaios mecânicos. O erro do paquímetro é de  $\pm 0,02$  mm do valor medido e o erro de leitura da máquina de ensaios mecânicos é de  $\pm 1\%$  do valor da tensão de ruptura do material. O erro total calculado fica em torno de  $\pm 1\%$ .

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 Controle da densificação

#### 6.1.1 Medida da velocidade da onda ultra-sônica

O gráfico da Figura 6.1 apresenta os valores de velocidade de ultra-som obtidos para as diferentes temperaturas de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados. Os resultados individuais de cada ensaio são apresentados no Anexo A.

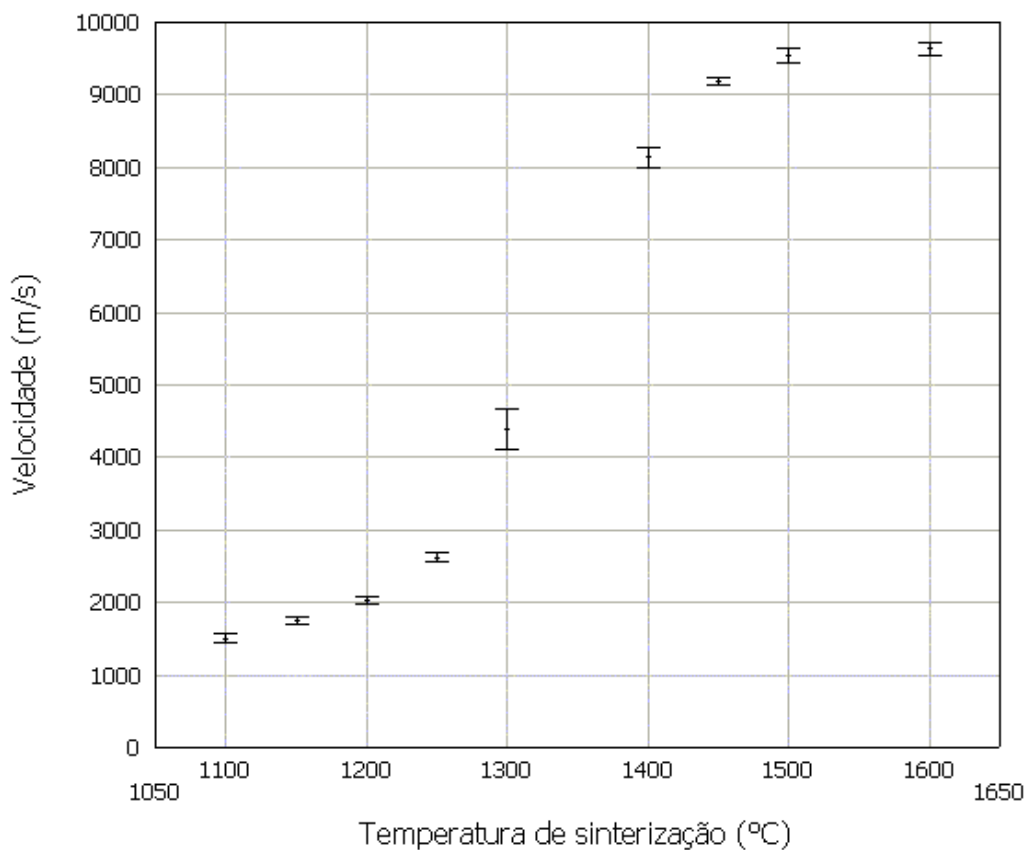


Figura 6.1 – Velocidade do ultra-som em função da temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

Pelo gráfico da Figura 6.1, a velocidade do ultra-som apresenta um pequeno aumento inicial para temperaturas de sinterização menores, passando por um

intervalo de aumento aproximadamente linear para temperaturas intermediárias e, finalmente, tendendo a um patamar de valores para as temperaturas mais altas.

Este resultado é explicado pelo fato da propagação das ondas ultra-sônicas ser influenciada pelas características do material pelo qual se propaga: pelo módulo de elasticidade e pela densidade do material, que são, por sua vez, dependentes das quantidades relativas das várias fases e dos defeitos presentes. O aumento de temperatura de sinterização tem como principal efeito sobre os corpos cerâmicos a sua densificação, à custa de redução da porosidade.

O comportamento esperado para a redução de porosidade dos corpos cerâmicos nestas faixas de temperatura é similar ao descrito para a velocidade, ou seja, para temperaturas menores que 1300°C, a redução da porosidade é inexpressiva. Nestas temperaturas os mecanismos de difusão ainda são precários para a alumina e a formação de fase vítrea é incipiente. Com o aumento da temperatura, estes mecanismos de redução de porosidade se acentuam progressivamente, até atingir um limite próximo da densidade teórica – porosidade zero – quando não há mais redução da porosidade.

Observou-se uma maior dispersão dos dados nas temperaturas de 1300°C e 1400°C. Nas outras temperaturas, a dispersão de resultados apresentou-se mais restrita. Esta constatação indica que nas temperaturas intermediárias ocorrem as mudanças mais significativas na microestrutura do material. Portanto, nessa faixa de temperatura, pequenos gradientes de temperatura poderiam propiciar uma microestrutura heterogênea, levando a variações de propriedades físicas que determinam a velocidade do ultra-som dentro do material.

De fato, com o auxílio da Figura 6.2, que traz para o mesmo gráfico os valores médios de porosidade aparente, é possível identificar uma correspondência com os valores médios de velocidade ultra-sônica em função da temperatura de sinterização. Pode-se observar que a porosidade aparente diminui à medida que se aumenta a temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos. Isto ocorre até aproximadamente 1300°C quando há um declínio acentuado da porosidade aparente até valores praticamente nulos para as temperaturas de 1500 e 1600°C.

É bem conhecido o fato de que, para tempos/temperaturas de sinterização

crecentes, a densificação do material cerâmico ocorre às custas da redução da porosidade. Assim, o efeito da temperatura de sinterização sobre a porosidade pode ser utilizado para explicar o comportamento da velocidade de deslocamento das ondas sonoras no interior do material. Portanto, a compactação do material - aumento da sua densidade - favorece o deslocamento das ondas mecânicas do ultrassom.

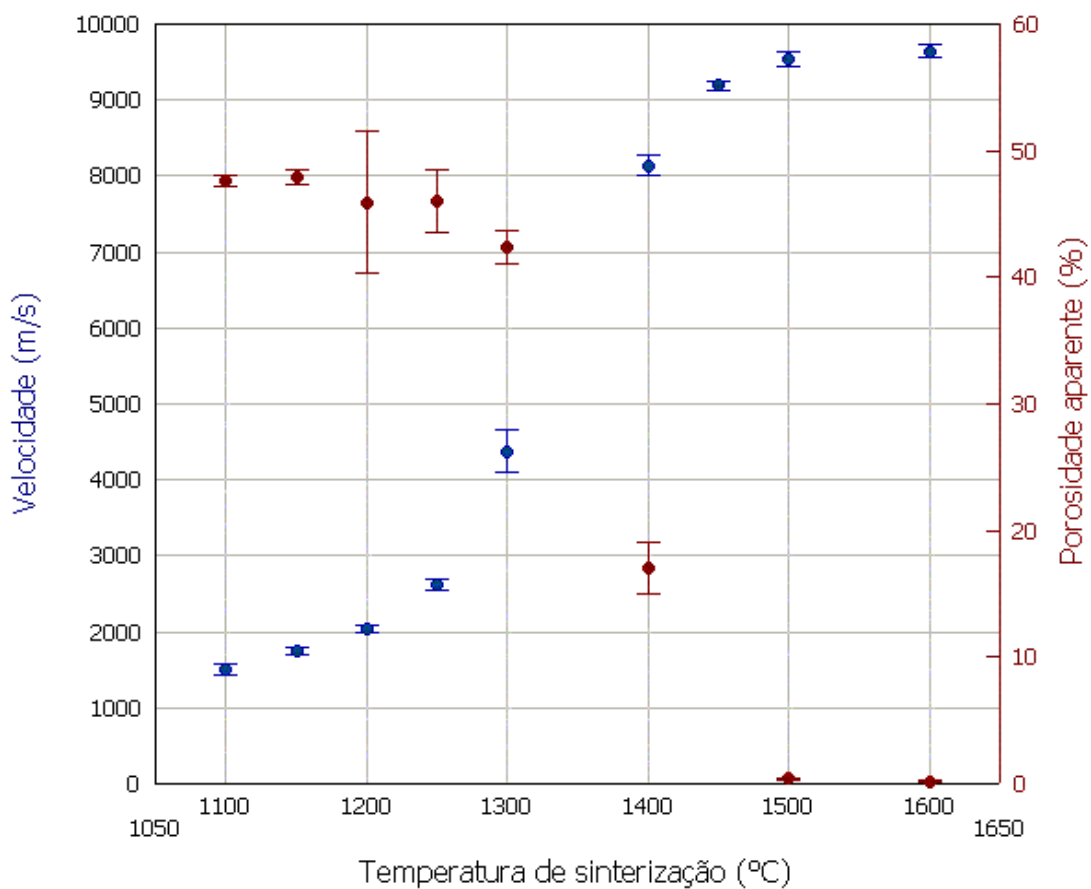


Figura 6.2 – Variação da porosidade aparente e da velocidade ultra-sônica médias com a temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

Esse comportamento foi constatado para todos os corpos cerâmicos à base de alumina investigados e permitiu definir uma correlação entre a velocidade da onda ultra-sônica e a densidade dos corpos cerâmicos. A Figura 6.3 apresenta esta correlação, tendo sido calculada a densidade em função da massa e das dimensões



dos corpos-de-prova. Pelo gráfico da Figura 6.3, pode-se observar a natureza quadrática da correlação entre a velocidade do ultra-som com a densidade. No mesmo gráfico, estão plotados os pontos obtidos por Bhardwaj [67]. Este autor apresenta uma relação linear entre a densidade do corpo cerâmico e a velocidade da onda ultra-sônica, tanto para uma alumina à verde como sinterizada [67, 85].

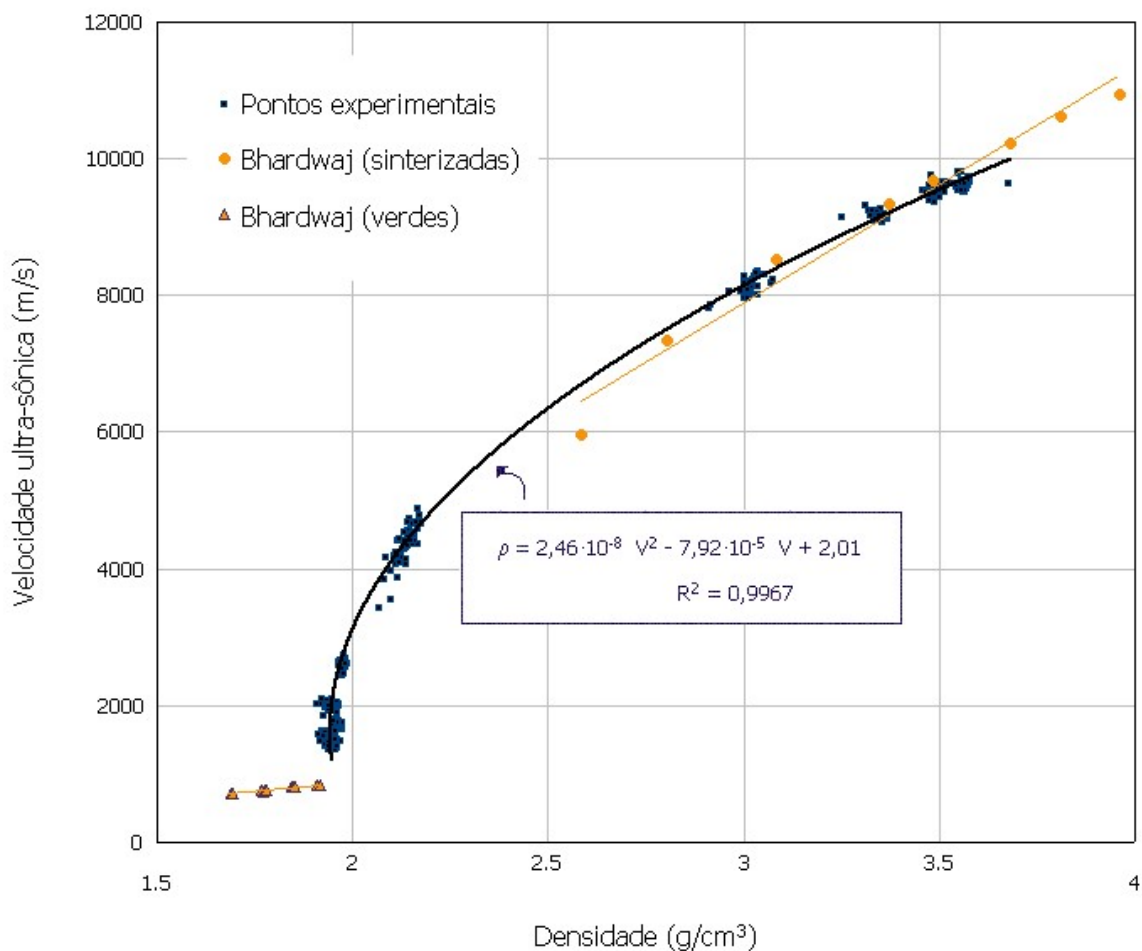


Figura 6.3 - Correlação parabólica entre densidade e velocidade medidas para todos os corpos cerâmicos (378 pontos).

Pelo fato dos pontos experimentais da relação entre velocidade da onda ultra-sônica e a densidade da alumina sinterizada, tanto no trabalho de Bhardwaj [67] como neste, serem praticamente coincidentes, a diferente interpretação do comportamento (linear ou quadrático) precisa ser examinada. A suposição aqui de uma relação quadrática encontra subsídio na análise da Equação 4.52, que relaciona a velocidade do som  $V$  em um material com o seu módulo de elasticidade  $E$  e sua densidade. Esta equação teria então implícita a variação quadrática entre a

velocidade da onda ultra-sônica no corpo cerâmico à base de alumina e sua densidade. Assim, deve-se considerar que o módulo de elasticidade de um material varia com a sua porosidade, como foi visto no item 4.1.1.4. As equações empíricas existentes na literatura inferem uma relação não linear entre o módulo de elasticidade e a porosidade de um material, que está por sua vez relacionada com a densidade através da equação:

$$\rho = \rho_0(1 - P) \quad \text{Equação 6.1}$$

Entretanto, utilizando-se os dados experimentais obtidos por Bhardwaj <sup>[67]</sup> e aplicando uma regressão quadrática, constata-se que o coeficiente de correlação  $R^2$  é superior ao obtido para a regressão linear. A Figura 6.4 apresenta os gráficos correspondentes para a regressão linear e para a regressão quadrática, com os respectivos coeficientes de correlação  $R^2$ .

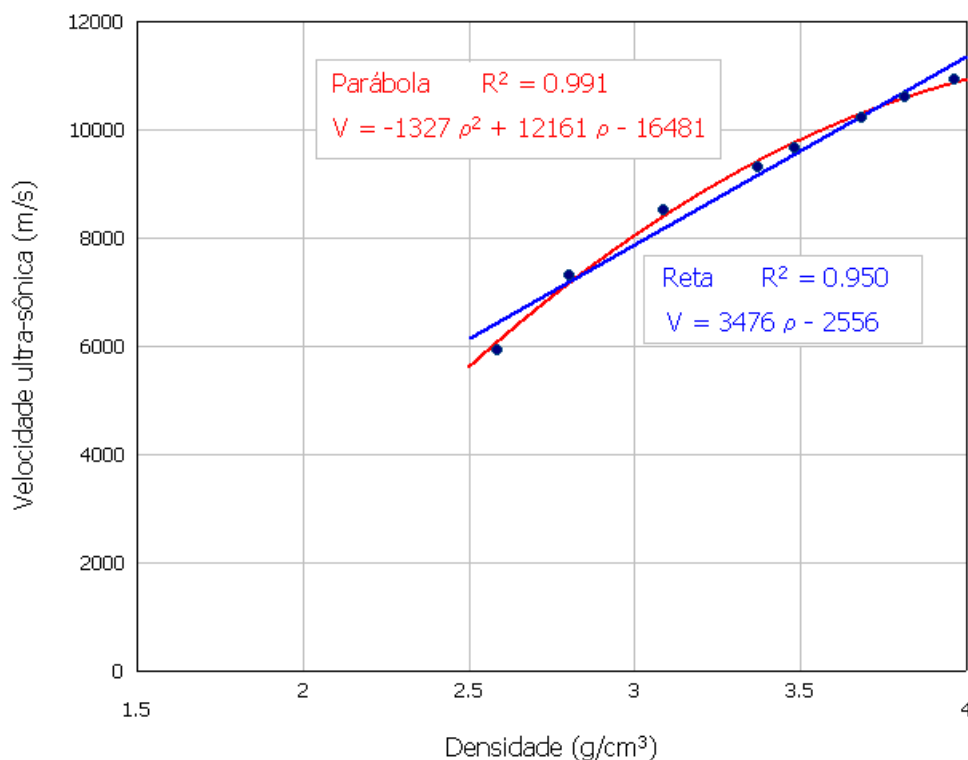


Figura 6.4 - Regressão linear e regressão quadrática aplicadas aos dados experimentais obtidos por Bhardwaj <sup>[67]</sup> para corpos cerâmicos à base de alumina.

A diferença entre os valores obtidos neste trabalho e os de Bhardwaj <sup>[67]</sup>

eventualmente poderia estar baseada em dois fatores principais ligados às características dos materiais investigados. O primeiro fator, a diferença na formulação das aluminas utilizadas e o outro na pressão de compactação durante a etapa de conformação do material. A densificação durante o processo de queima de um material cerâmico pode ser intensificada por um aumento da pressão de compactação dos corpos cerâmicos durante a sua conformação por prensagem. A Figura 6.5 foi obtida a partir dos valores de velocidade de ultra-som em corpos cerâmicos produzidos com diferentes pressões de compactação, porém, sinterizados na mesma temperatura (temperatura de sinterização 1300°C – patamar de 4h).

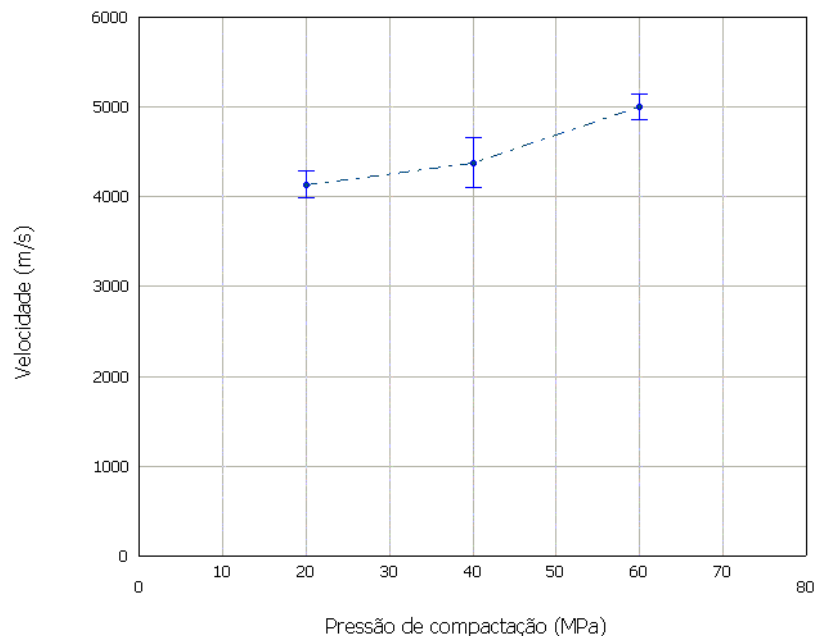


Figura 6.5 - Velocidade do ultra-som em função da pressão de compactação utilizada na prensagem dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

Pelo gráfico da Figura 6.5 pode-se observar uma tendência de aumento da velocidade do ultra-som à medida que a pressão de compactação na prensagem foi maior. Este comportamento é similar ao anterior quando se analisa a redução de porosidade que ocorre pela utilização de maiores pressões de compactação.

Em trabalhos citados anteriormente, Bhardwaj *et alli* [67, 68, 69] discutem resultados da determinação da velocidade de ultra-som para caracterizar corpos de

alumina porosos, parcialmente sinterizados e após densificação completa. Ainda que seja esperado que a velocidade de ultra-som em corpos cerâmicos verdes seja uma função da densidade, não se sabe ao certo de que forma se comporta para amostras com a mesma densidade a verde, mas diferentes empacotamentos.

O gráfico da Figura 6.6 apresenta a variação da pressão de compactação na prensagem dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. Por esse gráfico, pode-se observar um significativo aumento da densidade detectado pelo ensaio de ultra-som, a partir da velocidade da onda ultra-sônica. Pode-se assim inferir a aplicabilidade do ensaio de ultra-som para verificar a compactação à verde de peças cerâmicas, pela sensibilidade da velocidade da onda ultra-sônica à densidade do material por onde se propaga.

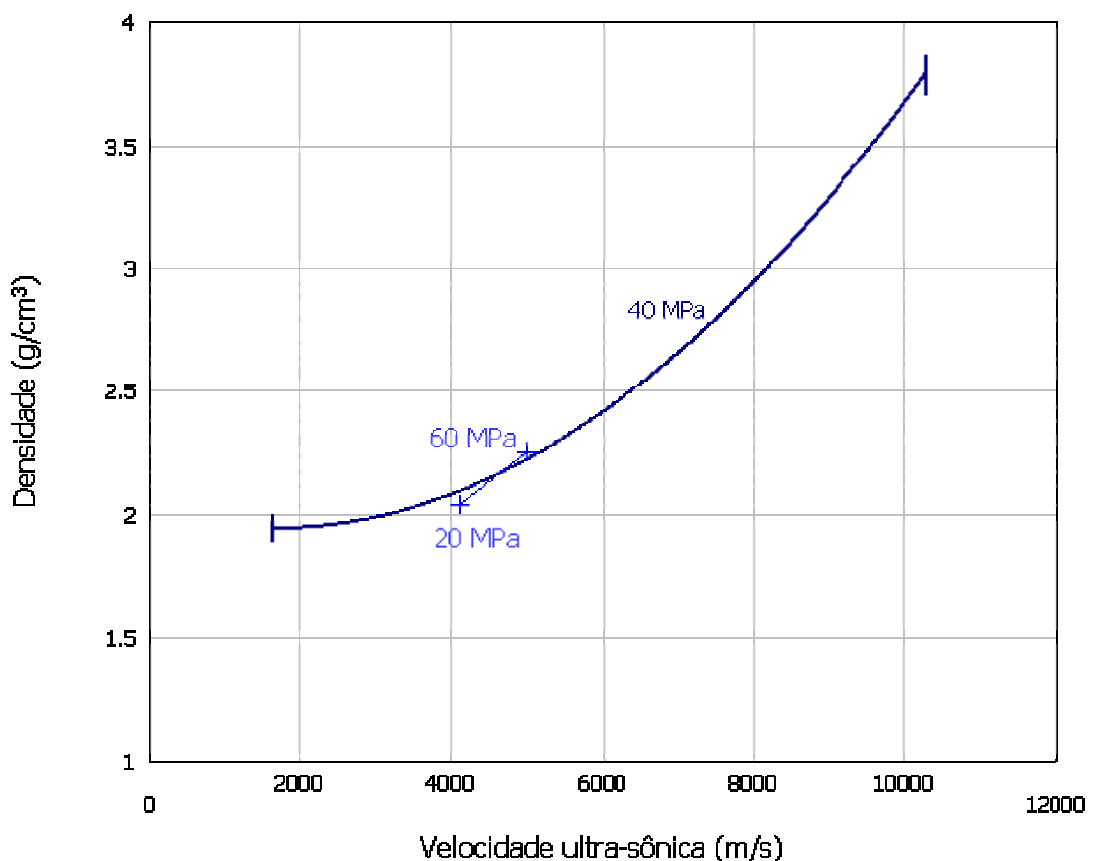


Figura 6.6 - Variação da pressão de compactação na prensagem dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho.

### 6.1.2 Medida da atenuação da onda ultra-sônica

A Figura 6.7 apresenta os valores do coeficiente de atenuação do ultra-som para as diferentes temperaturas de sinterização. Pelo gráfico obtido, observa-se uma diminuição do coeficiente de atenuação com o aumento da temperatura, até que, para as temperaturas mais elevadas, este valor apresenta tendência de estabilização. Este comportamento é um indicativo de que a porosidade tem efeito inverso para a atenuação em comparação com a velocidade do ultra-som, isto é, à medida que a densidade dos corpos cerâmicos se aproxima da densidade teórica, pela intensificação do processo de sinterização, a velocidade de deslocamento da onda sonora aumenta e a sua atenuação diminui.

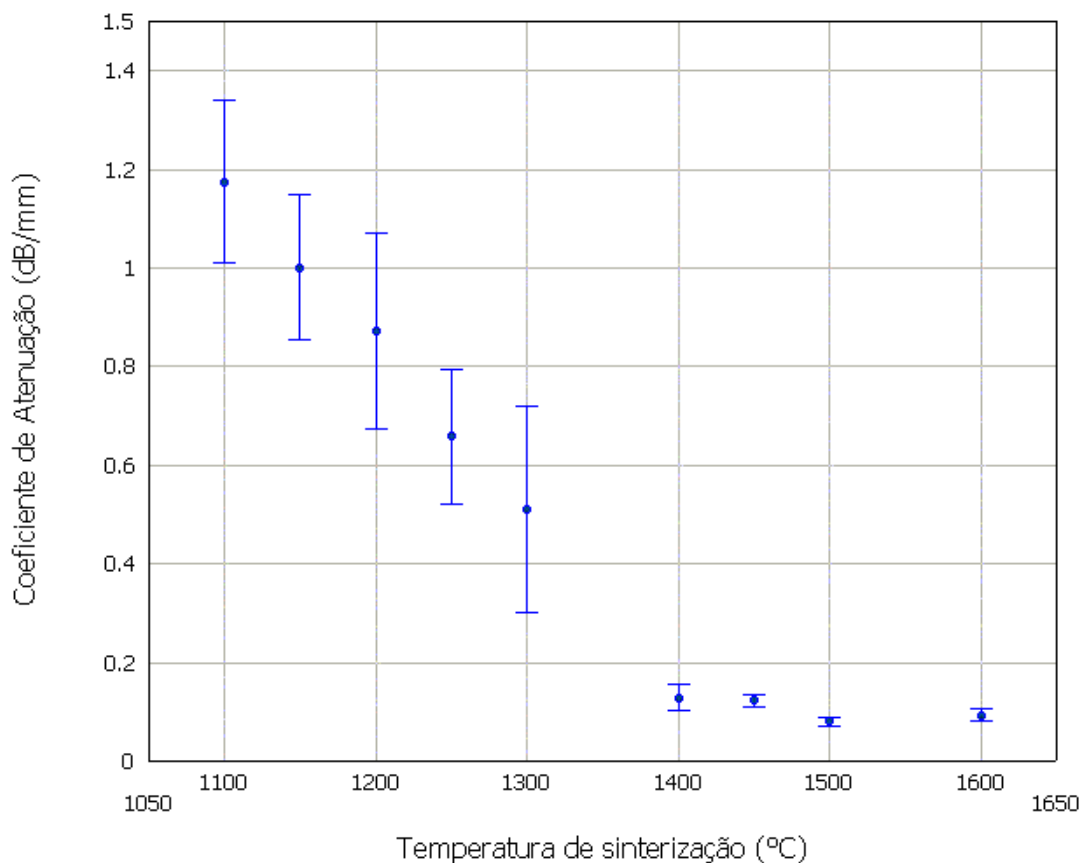


Figura 6.7 – Atenuação do ultra-som em função da temperatura de sinterização a que foram submetidos os corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas.

A atenuação é imposta às ondas elásticas por características intrínsecas dos materiais nos quais se propagam e pelo espalhamento do feixe ultra-sônico, seguindo uma lei exponencial (Equação 4.43). Deve-se considerar que a onda, ao propagar-se no interior do material cerâmico, encontrará um meio heterogêneo, constituído basicamente por uma fase contínua, sólida (policristalina) e por uma fase poro (gasosa).

Como pode ser constatado pelo gráfico da Figura 6.7, a maior dispersão dos resultados do coeficiente de atenuação foi obtida para as temperaturas de sinterização mais baixas. Os mecanismos de atenuação, tais como, absorção por fricção interna e espalhamento nas superfícies entram em ação quando a onda, que se propaga em uma determinada direção, encontra propriedades elásticas diferentes e, portanto, impedâncias acústicas diferentes a cada superfície de poro ou contorno de grão, ocasionando o espalhamento.

Além disso, deve-se considerar o método de medida dos coeficientes de atenuação, já que para temperaturas menores que 1300°C, além dos fatores que afetam a dispersão das medidas de velocidade, vistos anteriormente, também o reduzido número de picos influi na determinação da exponencial de ajuste. Com um menor número de picos, é esperada uma maior dispersão de valores.

A Figura 6.8 apresenta o número médio de picos detectados em função da temperatura de sinterização. Para as temperaturas de sinterização mais baixas, a atenuação é tão intensa que reduz progressivamente o número de picos detectados pelo equipamento. Assim, o número de picos detectados pode ser utilizado como um indicativo do coeficiente de atenuação e, portanto, do grau de sinterização do material, já que a característica que determina a proporção entre a energia refletida e transmitida quando há a passagem de um meio material ao outro é a impedância acústica dos dois materiais, que é definida como o produto da densidade pela velocidade da onda ultra-sônica.

Assim como para a velocidade da onda ultra-sônica, a determinação do coeficiente de atenuação em um material policristalino e/ou polifásico, como os corpos cerâmicos à base de alumina investigados, é influenciada por variações na estrutura e pelos processos de fabricação. Portanto, os valores destas propriedades

devem ser tomados como um indicativo, podendo variar para amostras diferentes.

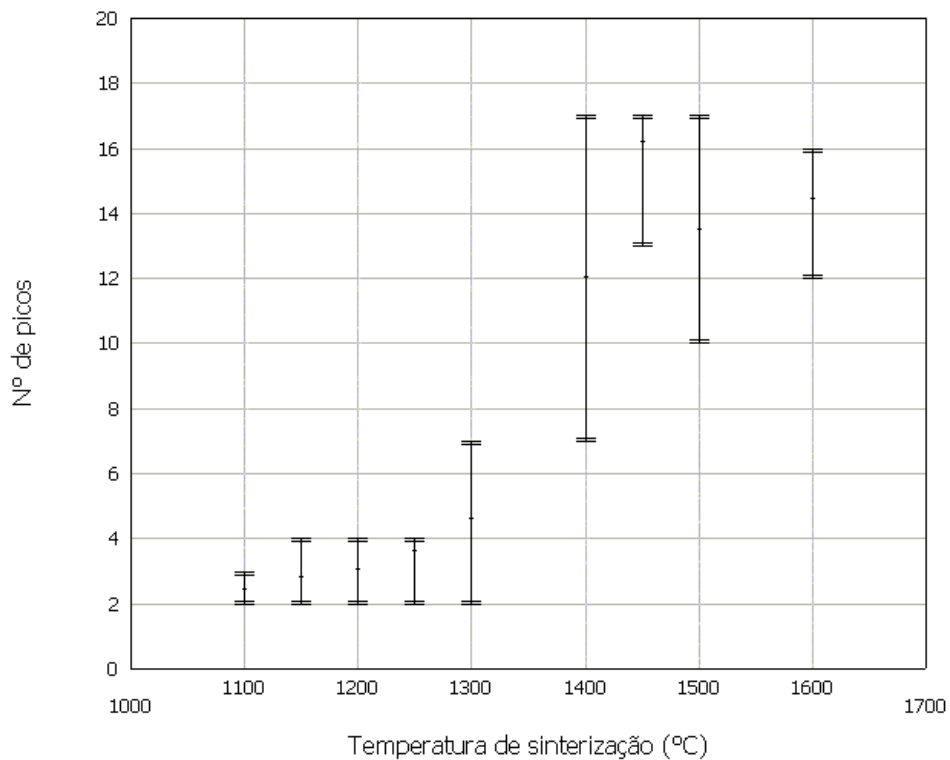


Figura 6.8 – Número de picos detectados no ensaio de ultra-som para as várias temperaturas de sinterização (4MHz). As barras horizontais indicam os valores máximos e mínimos encontrados para cada temperatura.

Da mesma forma que a medida da velocidade da onda ultra-sônica, a medida do coeficiente de atenuação é capaz de constatar a variação da densificação de um corpo cerâmico em função da pressão de compactação durante a etapa de prensagem. A Figura 6.9 apresenta os valores de atenuação de ultra-som obtidos em corpos cerâmicos produzidos com diferentes pressões de compactação (temperatura de sinterização 1300°C – patamar de 4h). Este resultado reforça a tendência indicada anteriormente: ocorre diminuição da atenuação do ultra-som à medida que diminui a porosidade do material (provocada pelo aumento da densificação ou grau de sinterização do corpo cerâmico).

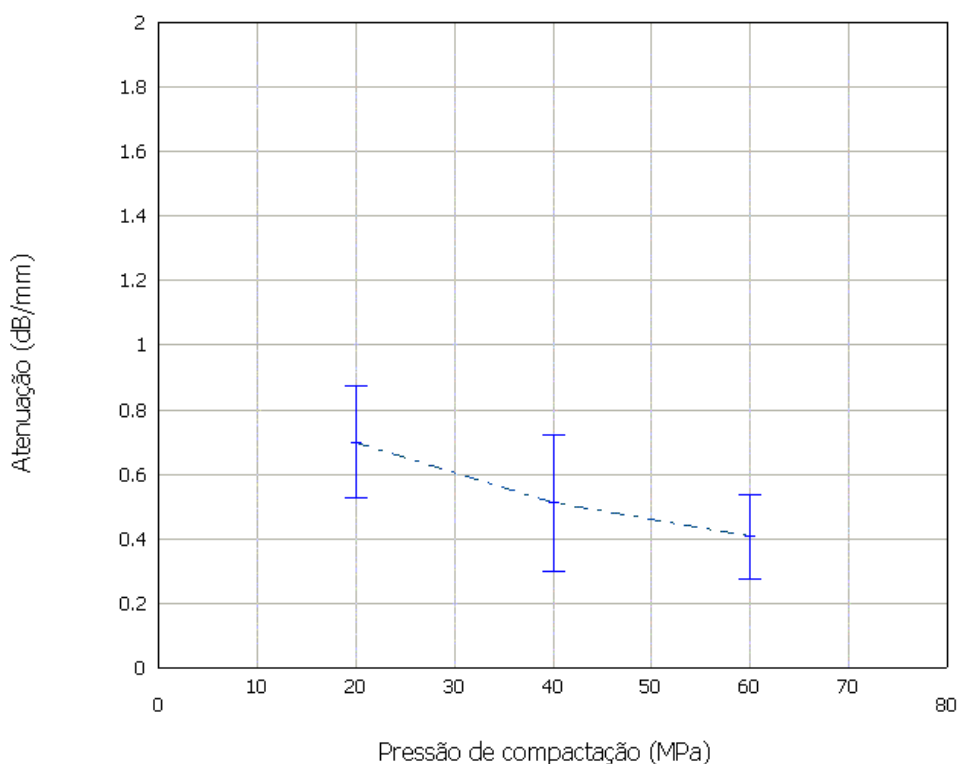


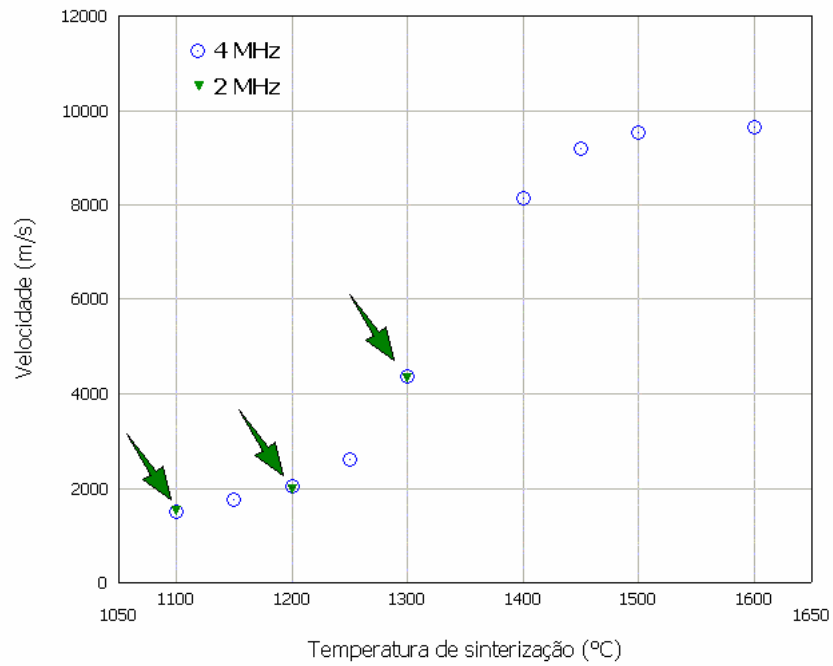
Figura 6.9 - Atenuação do ultra-som em função da pressão de compactação. As barras horizontais indicam o desvio padrão das medidas.

### **6.1.3 Parâmetro Hull-Langton**

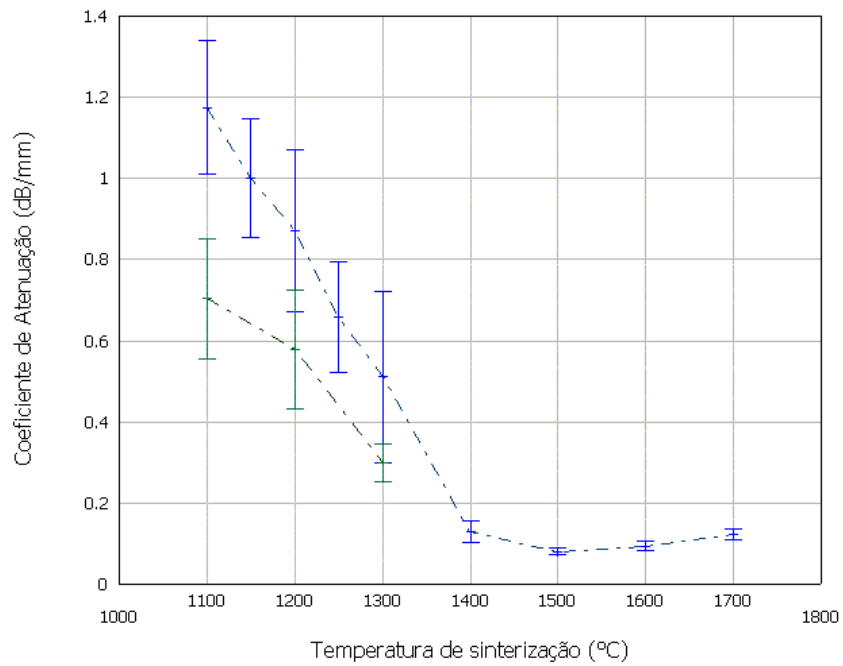
A fim de se investigar a dependência do coeficiente de atenuação e da velocidade ultra-sônica em relação a frequência nominal do transdutor utilizado foram realizadas medidas comparativas com os transdutores de frequências nominais de 2 MHz e 4 MHz.

A Figura 6.10 apresenta comparativamente os resultados dos ensaios com transdutor de 4 MHz e com o transdutor 2 MHz, para os corpos cerâmicos sinterizados nas temperaturas de 1100, 1200 e 1300 °C.





(a)



(b)

Figura 6.10 – Ensaio com transdutores de 2 e 4 MHz: a) medida da velocidade ultra-sônica; b) medida do coeficiente de atenuação. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas.

Observa-se pela Figura 6.10(a) que as medidas de velocidade - pontos indicados com as setas - não se alteram obtendo-se uma boa reprodutibilidade para as duas frequências utilizadas. A Figura 6.10(b) indica que os valores absolutos das medidas de atenuação sofrem uma significativa redução em relação aos valores obtidos com o transdutor de 4 MHz. O valor médio obtido nos ensaios com 2 MHz é cerca de 60% do valor médio obtido para os ensaios com 4 MHz (1100:60,0/1200:66,5/1300:58,7).

Assim, a partir de análise de dados individuais de velocidade e coeficiente de atenuação, medidos para as duas frequências utilizadas, foram calculados os valores da assinatura **S** e do índice **HL**, para as temperaturas de sinterização de 1100°C, 1200°C e 1300°C. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 6.1.

Tabela 6.1 – Parâmetros Hull-Langton dos corpos cerâmicos à base de alumina para as diferentes temperaturas de sinterização investigadas.

T <sub>sint</sub> °C	2 MHz				4 MHz			
	$\alpha$ dB/mm	V m/s	S dB/s	HL dB MHz <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>	$\alpha$ dB/mm	V m/s	S dB/s	HL dB MHz <sup>-1</sup> s <sup>-1</sup>
1100	0,7037	1534,5	1301994	650997	1,1543	1504,7	1768021	442005
1200	0,5791	1994,7	1155120	577560	0,8626	2034,6	1772460	443115
1300	0,2998	4342,9	1079807	539903	0,5094	4378,1	2237299	559325

O gráfico da Figura 6.11 apresenta a medida da porosidade aparente em função do Índice HL para o material cerâmico à base de alumina investigado (4 MHz). Por esse gráfico, pode-se observar a correlação entre os valores de porosidade medidos e o parâmetro de Hull-Langton. Eventualmente, os desvios encontrados podem ser atribuídos às diferenças entre poros abertos e fechados.

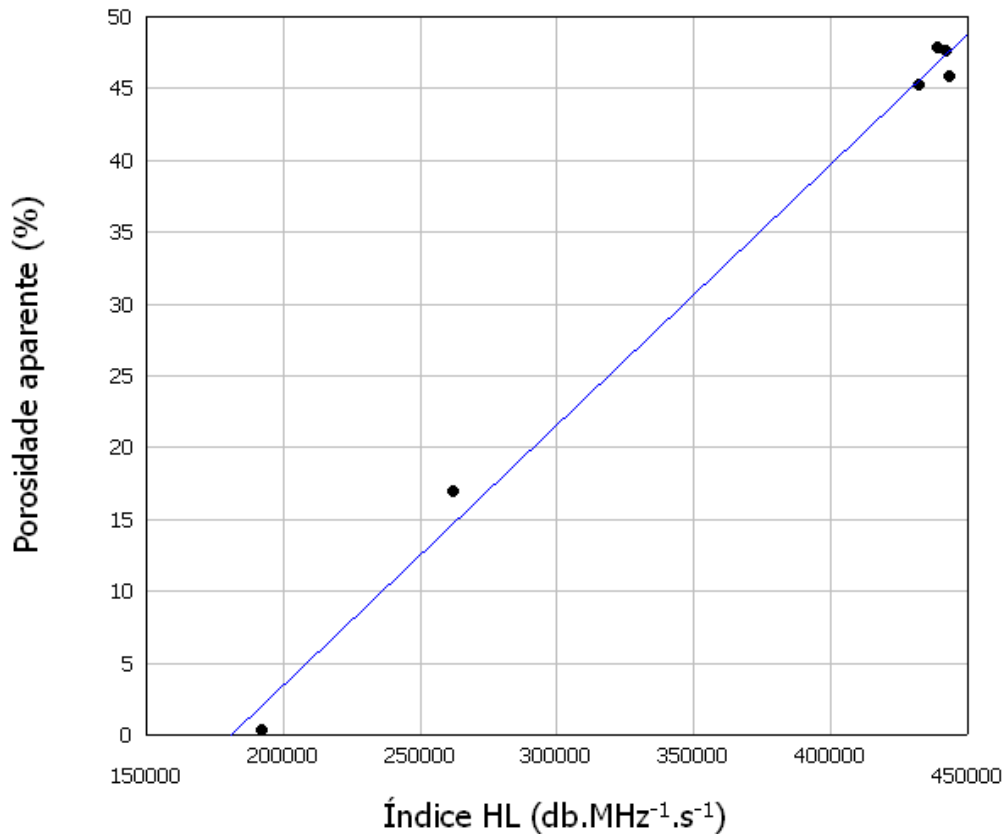


Figura 6.11 – Porosidade aparente em função do Índice HL para o material cerâmico à base de alumina.

## 6.2 Resistência mecânica

O gráfico da Figura 6.12 foi construído a partir dos valores de resistência mecânica encontrados para as diferentes temperaturas de sinterização dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados.

Pela análise da Figura 6.12 constata-se que a resistência mecânica tem comportamento similar à velocidade do ultra-som para as diferentes temperaturas de sinterização. Nos estágios iniciais da sinterização, temperaturas menores que 1300 °C, os corpos cerâmicos apresentam valores de resistência mecânica muito pequenos (menores que 10 MPa). A partir de 1300 °C ocorre um aumento do valor da resistência mecânica até atingir-se um máximo próximo a 200 MPa.

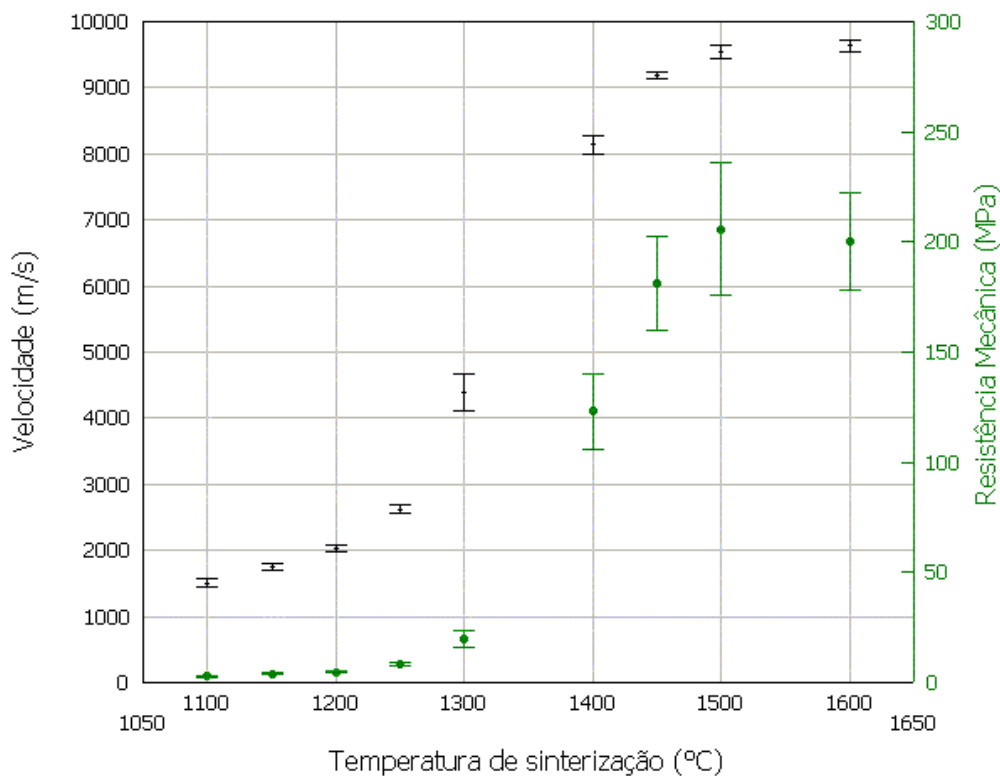


Figura 6.12 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

Pela análise da Figura 6.12 pode-se observar que os valores de resistência mecânica crescem com a elevação de temperatura de sinterização, apresentando uma intensificação maior a partir de 1300 °C. O incremento da resistência mecânica em função da temperatura de queima tende a acompanhar a redução da porosidade dos corpos cerâmicos à base de alumina. De fato, ao comparar-se os valores de resistência mecânica com os obtidos para a densificação, observa-se um paralelismo bastante significativo. Isto está baseado no fato de que o defeito controlador da resistência mecânica nos corpos cerâmicos são os poros, que com a intensificação da sinterização estão sendo reduzidos em quantidade e tamanho. Como consequência, a resistência mecânica aumenta.

A maior taxa de densificação experimentada na faixa de temperatura em torno de 1300 °C pode ser devida aos agentes mineralizadores (silicatos líquidos a essa faixa de temperatura) que promovem uma frente líquida e uma eventual

sobreposição com fenômenos de sinterização seca. Em ambos os casos, a área superficial é que promoveria pontos de contato mais numerosos e uma redução de área superficial mais intensa, ambos fatores de influência na definição da resistência mecânica, via densificação do corpo cerâmico.

A discussão da densificação e do aumento da resistência mecânica dos corpos cerâmicos deve considerar, além da sinterização seca e com fase líquida como já abordados, o empacotamento das partículas durante a etapa da prensagem. Assim como a medida da velocidade de propagação da onda ultra-sônica no corpo cerâmico foi eficiente para constatar a maior densificação após queima com o aumento da pressão de compactação durante a prensagem, a mesma medida pôde constatar o aumento da resistência mecânica em função de um aumento da pressão de compactação durante a prensagem. De fato, o gráfico da Figura 6.13 introduz o resultado de resistência mecânica determinada para os corpos cerâmicos prensados com 20, 40 e 60 MPa, queimados 1300 °C no gráfico da variação entre resistência mecânica e velocidade da onda ultra-sônica para os corpos cerâmicos à base de alumina investigados neste trabalho. Por esse gráfico, pode-se verificar o alinhamento dos resultados de resistência mecânica com o aumento de pressão de compactação, devido ao maior empacotamento das partículas, já que a maior pressão provoca um maior escoamento das partículas entre si, em direção à ocupação de interstícios vazios entre partículas.

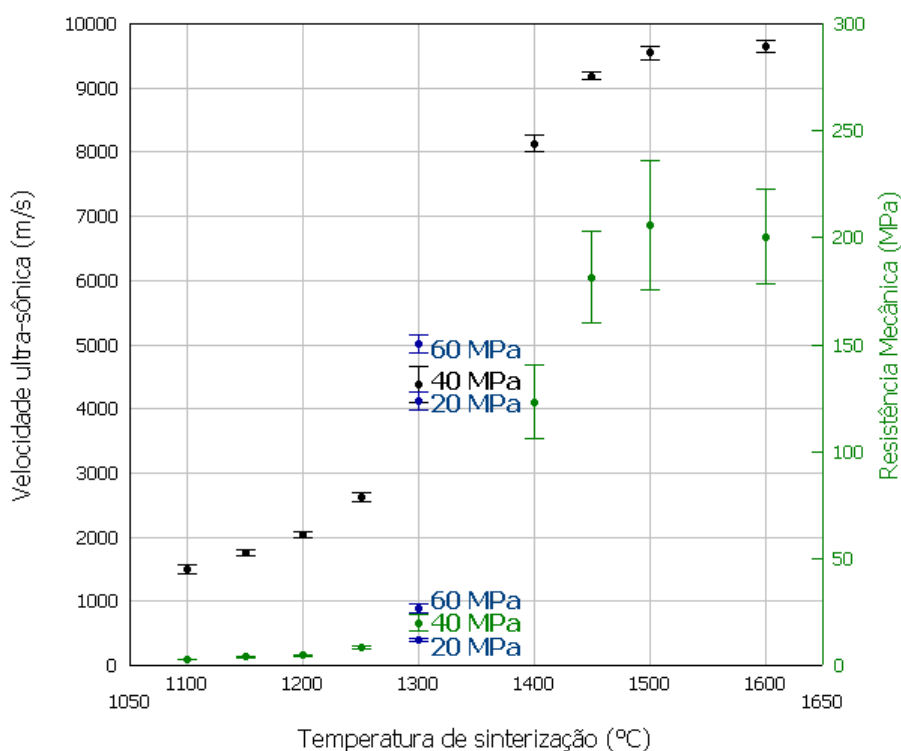


Figura 6.13 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo a variação da pressão de compactação durante a prensagem (1300 °C). As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

O aumento da resistência mecânica às custas da redução da porosidade durante o processo de densificação do corpo cerâmico encerra-se quando o corpo cerâmico atinge a densidade perto da teórica. A partir daí inicia-se o fenômeno de crescimento de grão no material cerâmico, fenômeno este também dependente do tempo e da temperatura. No intuito de investigar se a avaliação do corpo cerâmico pela técnica de ultra-som poderia detectar a redução da resistência mecânica pelo aumento do tamanho do grão, foram fabricados corpos cerâmicos à base de alumina com tempos demasiadamente longos de queima, conforme descrito no item 5.2.3.

O gráfico da Figura 6.14 apresenta os valores de resistência mecânica e velocidade da onda ultra-sônica em função da temperatura de queima, e inclui os resultados dos corpos cerâmicos à base de alumina queimados com 1, 2, 4 e 8 ciclos de queima industrial.

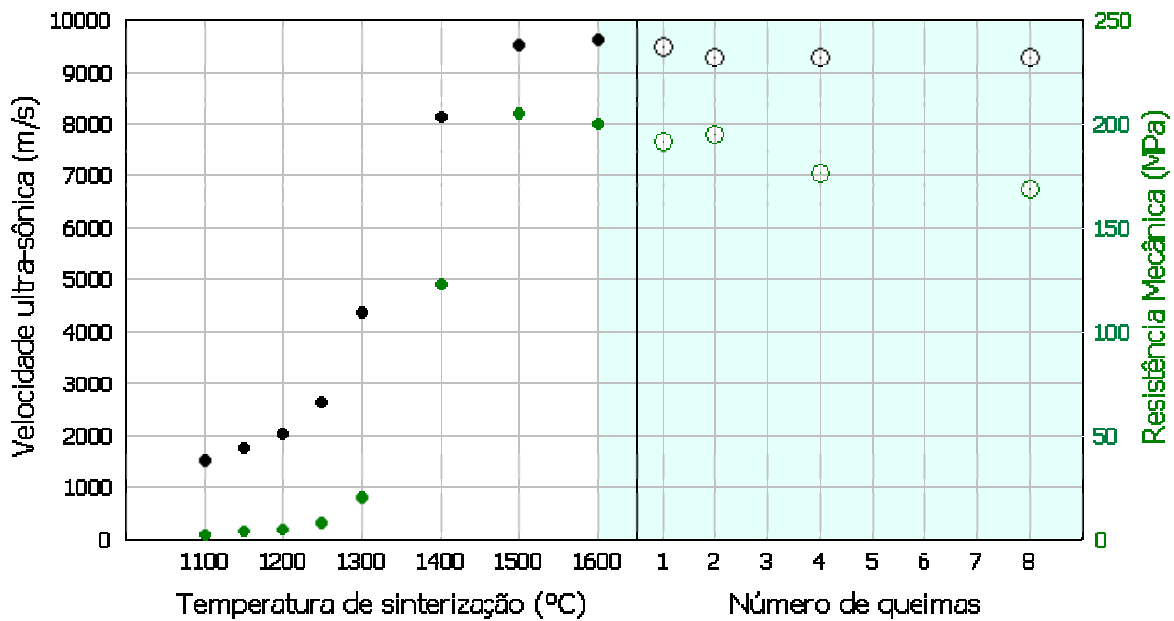


Figura 6.14 – Velocidade da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo os corpos cerâmicos queimados com 1, 2, 4 e 8 ciclos de queima industrial.

A Figura 6.15 apresenta as micrografias, obtidas com aumento de 500x em microscópio ótico, dos corpos cerâmicos submetidos a 1, 2, 4 e 8 queimas. Pelas micrografias apresentadas na Figura 6.15, pode-se observar que um aumento do tamanho do grão, principalmente para as condições de 4 e 8 queimas. Com o crescimento do grão e o fim da porosidade, o tamanho do grão passa a ser o controlador da resistência mecânica.

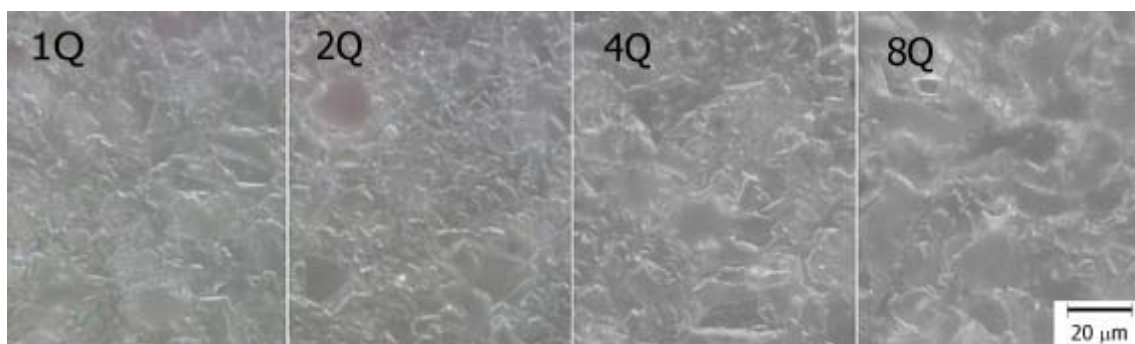


Figura 6.15 – Micrografias dos corpos cerâmicos submetidos a 1, 2, 4 e 8 queimas.

Pelo gráfico da Figura 6.14 é possível constatar a redução tanto da resistência mecânica com tempos crescentes de queima como a redução da velocidade de propagação da onda ultra-sônica. Possivelmente, no caso dos grãos terem um tamanho muito maior que o comprimento de onda, o espalhamento pode ser visualizado geometricamente – ao atingir o contorno de grão, o feixe de onda divide-se em vários outros tipos de ondas refletidas e transmitidas, semelhante a um feixe de luz dispersado em uma neblina.

O espalhamento, assim como a dissipação, contribui para a extinção da onda sonora na direção de propagação, resultando em atenuação sonora mensurável. Ambos os efeitos, além da absorção do som pelas fases, dependem da relação entre o tamanho de grão e o comprimento de onda.

De fato, o coeficiente de atenuação da onda ultra-sônica medido para os mesmos corpos cerâmicos à base de alumina do gráfico da Figura 6.16, foi capaz de correlacionar o aumento da resistência mecânica com o aumento da densificação do corpo cerâmico e sua leve redução com o crescimento do grão para a extrapolação do tempo de queima dos mesmos corpos cerâmicos. O coeficiente de atenuação decresceu no primeiro momento, voltando levemente a crescer, com o crescimento do tamanho de grão. Eventualmente, pode-se supor aqui, uma combinação entre tamanho de grão e comprimento de onda menos favorável à propagação, aumentando a impedância acústica via aumento da velocidade de propagação, embora tenha encontrado um meio mais homogêneo de propagação.



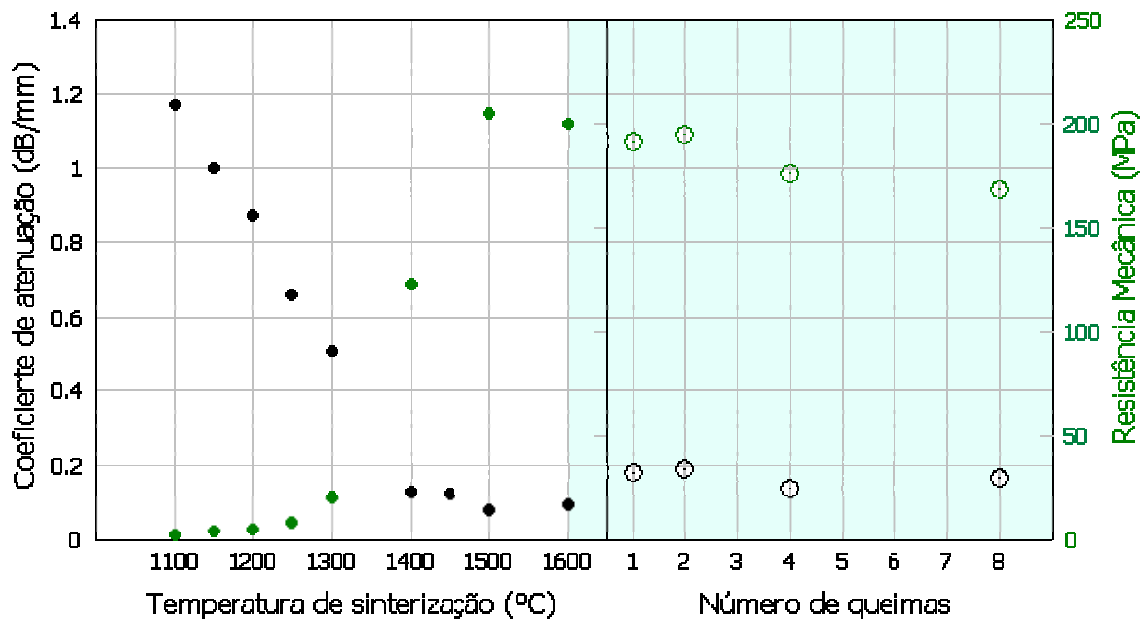


Figura 6.16 – Coeficiente de atenuação da onda ultra-sônica e resistência mecânica em função da temperatura de sinterização para os corpos cerâmicos à base de alumina, incluindo os corpos cerâmicos queimados com 1, 2, 4 e 8 ciclos de queima industrial.

### 6.2.1 Módulo de Weibull

Os módulos de Weibull, aplicados aos valores de resistência mecânica, ao coeficiente de atenuação e à velocidade de propagação da onda ultra-sônica, foram calculados para cada temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos investigados. Os resultados encontrados são apresentados na Tabela 6.2 para os dois estimadores utilizados e na forma de gráfico de barras na Figura 6.17 para o estimador  $P_f = i/(N+1)$  - o Anexo C apresenta os formulários de cálculo.

Tabela 6.2 – Valores dos módulos de Weibull, aplicados aos valores de resistência mecânica e ao coeficiente de atenuação e velocidade de propagação da onda ultra-sônica foram calculados para cada temperatura de sinterização dos corpos cerâmicos investigados.

	$P_f = \frac{i}{N+1}$			$P_f = \frac{i-0,5}{N}$		
T (°C)	$m_\sigma$	$m_\alpha$	$m_v$	$m_\sigma$	$m_\alpha$	$m_v$
1100	10,0	7,9	24,3	12,8	8,6	25,8
1150	11,7	7,9	42,2	14,1	8,5	45,2
1200	10,4	5,0	49,5	13,2	5,3	53,6
1250	13,3	5,6	46,3	15,8	6,0	49,8
1300	4,6	2,9	17,6	4,4	3,1	18,9
1400	7,3	5,2	67,2	8,5	5,7	74,7
1500	6,6	9,7	107,1	7,8	10,7	117,6
1600	7,8	8,3	113,2	9,4	9,2	123,2

Uma comparação entre os estimadores, apresentada pela Tabela 6.2, permite constatar que o estimador  $P_f = i/(N+1)$  é mais conservador, apresentando menores valores de **m**.

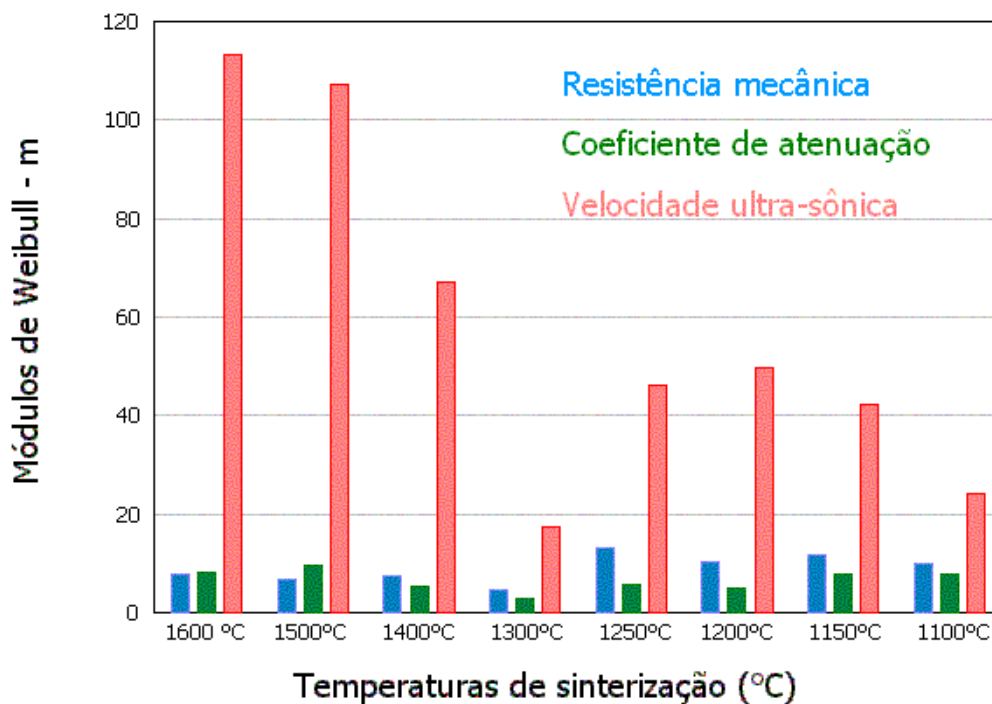


Figura 6.17 – Valores do módulo de Weibull obtidos para as medidas de resistência mecânica, coeficiente de atenuação e velocidade ultra-sônica dos corpos cerâmicos, em função da temperatura de sinterização.

A Figura 6.17 evidencia a disparidade das distribuições de valores calculados para a resistência mecânica e velocidade em todas as temperaturas de sinterização. Os valores de velocidade encontrados experimentalmente têm uma distribuição mais estreita em torno da média, maiores valores de **m** e, portanto, maior confiabilidade. Este comportamento pode indicar que as duas propriedades apresentam uma relação distinta no que se refere às características do material, especialmente à distribuição de defeitos.

O coeficiente de atenuação por sua vez apresenta distribuição de valores semelhante à encontrada para a distribuição de valores da resistência mecânica. Isto pode ser um indicativo de que o mesmo tipo de relação com as propriedades microestruturais do material ocorra para as medidas de atenuação e resistência mecânica.

A partir destas considerações, pode-se propor uma equação em que os fatores que afetam a variação da resistência mecânica em função do grau de sinterização, porosidade, tipo e orientação dos poros ou descontinuidades, sejam englobados na atenuação das ondas ultra-sônicas pelo material. As equações a seguir são sugeridas inicialmente.

$$\sigma_f = \frac{E_o}{1000} e^{-0,33 \frac{\alpha}{\alpha_o}} \quad \text{Equação 6.2}$$

$$\sigma_f = 1,75 \cdot V_L \cdot \rho^2 \cdot e^{-\alpha} \quad \text{Equação 6.3}$$

A Equação 6.2 é consistente dimensionalmente e apresenta uma dependência do módulo de elasticidade da matriz livre de poros e da relação entre o coeficiente de atenuação do material com porosidade e livre de poros. Já a Equação 6.3 apresenta proporcionalidade direta com a velocidade do ultra-som e quadrática com a densidade, porém, não é consistente dimensionalmente e as unidades utilizadas devem ser mantidas (velocidade: km/s; densidade: Mg/m<sup>3</sup>; coeficiente de atenuação: dB/mm e resistência mecânica: MPa).

A Figura 6.18 reproduz a simulação obtida a partir da aplicação das equações sugeridas.

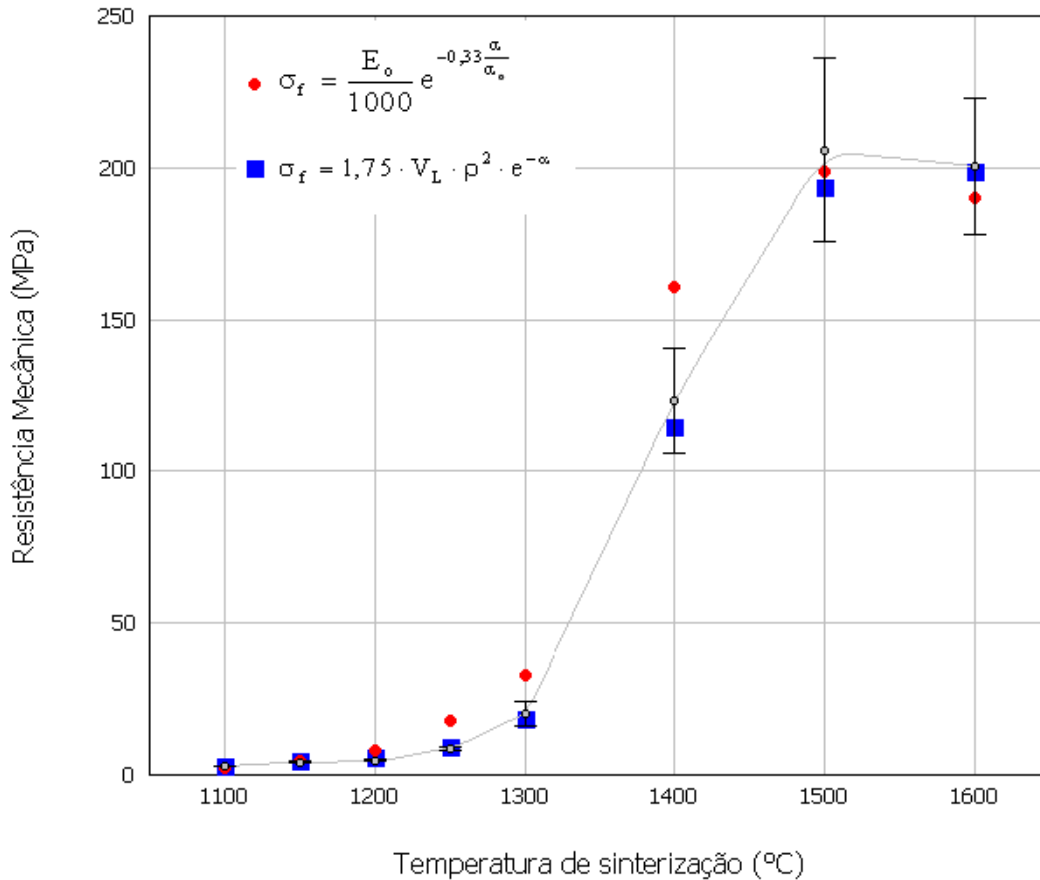


Figura 6.18 – Simulação da equação proposta para variação da resistência mecânica em função da atenuação e da velocidade das ondas ultra-sônicas no material. As barras horizontais representam os desvios padrão das medidas obtidas.

Ainda, pelo gráfico da Figura 6.18, pode-se observar que o ajuste é bastante satisfatório ficando próximo aos desvios padrão das medidas de resistência mecânica. Considerando-se o exposto, pode-se concluir que a Equação 6.3 tem um desempenho melhor que a Equação 6.2 para descrever a resistência mecânica nas condições propostas.

### 6.2.2 Cálculo do defeito controlador (crítico)

Deve-se considerar que a aproximação entre os valores de resistência mecânica e os valores de coeficiente de atenuação pode estar limitada ao caso estudado, no entanto, é relevante, pois permitiria a utilização das técnicas de ultra-som para

outros campos de aplicação, por exemplo, a estimativa de vida útil do material sob carga constante ou a diferença de temperatura de choque térmico crítica, conforme o esquema da Figura 6.19.

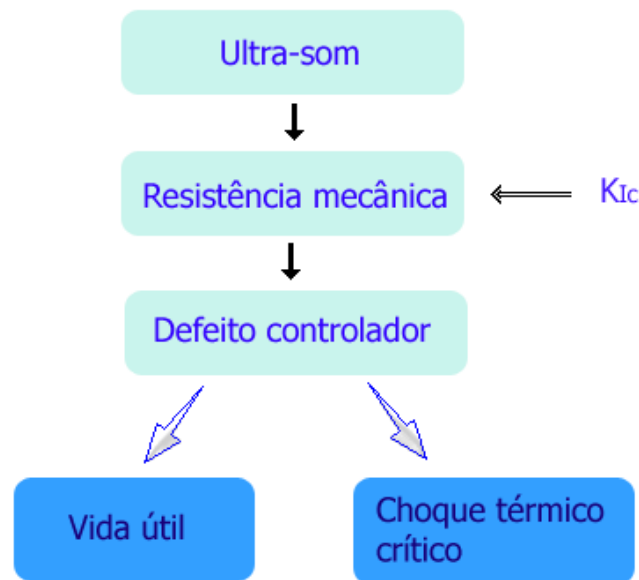


Figura 6.19 - Possibilidade de estimativa de vida útil e choque térmico crítico por meio de ultra-som.

A estimativa do tamanho do defeito controlador da resistência mecânica é possível a partir do cálculo do  $K_{Ic}$  dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados, utilizando os dados relativos aos corpos cerâmicos sinterizados a 1450°C, apresentados na Tabela 6.3. O valor médio do módulo de elasticidade para esta temperatura foi assumido como 238 GPa (média dos valores calculados para os corpos-de-prova sem entalhe) e o valor do coeficiente de dilatação térmica foi de  $1,01 \cdot 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ , calculado a partir dos dados apresentados na Figura 5.8.

Tabela 6.3 – Cálculo de  $K_{Ic}$ , corpos-de-prova de prova com entalhe.

<b>Amostra</b>	<b>Entalhe</b>	<b>Y</b>	<b><math>\sigma</math></b>	<b><math>K_{Ic}</math></b>
Código	mm		MPa	$\text{MPa} \cdot \text{m}^{-1/2}$
145-06	0,507	1,928	59,25	2,57
145-08	0,995	1,886	58,14	3,46
145-12	0,722	1,907	50,90	2,61
			<b>Média</b>	<b>2,88</b>

A resistência mecânica e a espessura dos corpos-de-prova sem entalhe foram medidas experimentalmente e estão tabelados a seguir (Tabela 6.4):

Tabela 6.4 – Resistência mecânica e espessura dos corpos-de-prova que não receberam entalhe.

<b>Amostra</b>	<b>W</b>	<b><math>\sigma</math></b>
Código	mm	MPa
145-04	6,61	162,56
145-10	6,59	178,62
145-18	6,63	172,29
145-24	6,66	211,97
<b>Média</b>	<b>6,62</b>	<b>181,36</b>

A partir dos dados de  $K_{Ic}$  médio (Tabela 6.3) e resistência mecânica média (Tabela 6.4), o tamanho do defeito controlador da resistência mecânica das peças cerâmicas sinterizadas a 1450 °C foi calculado com base na Equação 4.3, de forma iterativa, pois o termo em Y também depende do defeito controlador e foi calculado com base na Equação 4.5. Os valores obtidos são apresentados na Tabela 6.5.

Tabela 6.5 – Cálculo de  $c_o$ .

<b><math>c_o</math></b>	<b>Y</b>
(mm)	
	1,99
0,0637	1,96742
0,0651	1,966926
0,0652	1,966915
0,0652	1,966915

$$c_o = 0,065 \text{ mm } (6,52 \cdot 10^{-5} \text{ m}; 65,2 \text{ } \mu\text{m})$$

Com base na Equação 4.33 é possível então prever o tempo de falha de um corpo cerâmico submetido a uma determinada carga sub-crítica, isto é, abaixo da qual rompe em regime estático.

### 6.3 Choque térmico

A Figura 6.20 apresenta o resultado do ensaio de choque térmico para amostras selecionadas aleatoriamente no conjunto de peças sinterizadas a 1450 °C. A partir da observação do gráfico pode-se estimar que a diferença de temperatura crítica para nucleação de trincas, nas condições do teste, está situada entre 200 e 300 °C. A resistência mecânica das peças que sofreram choque térmico de 200 °C permaneceu praticamente no mesmo patamar das peças que não sofreram choque térmico (em torno de 25 MPa). Para diferenças bruscas de temperatura, maiores que 300 °C inclusive, houve uma significativa diminuição da resistência mecânica. A resistência mecânica residual foi de aproximadamente 50% do valor inicial.

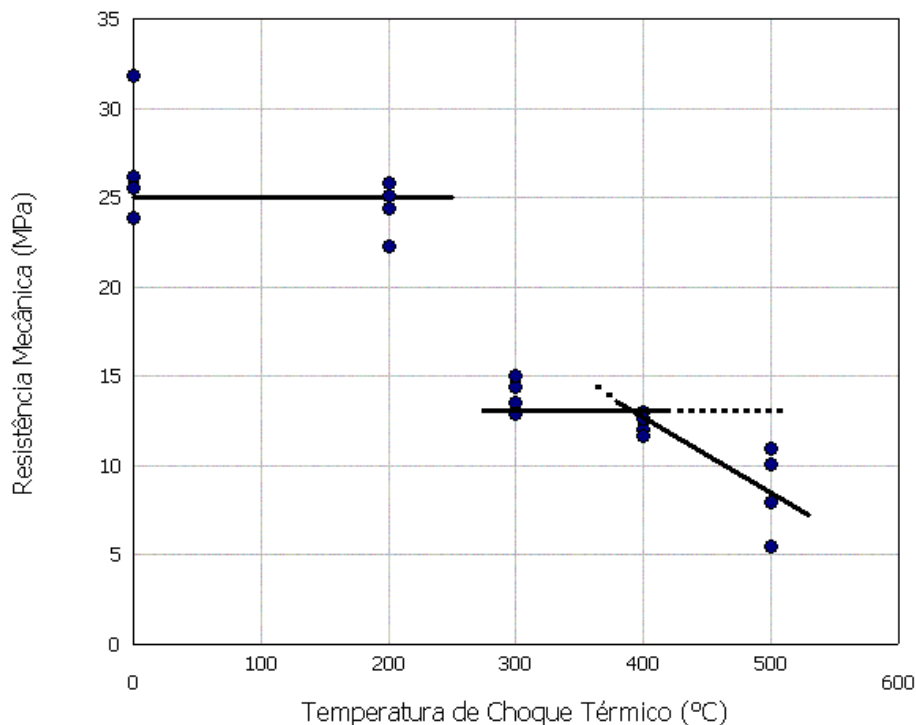


Figura 6.20 – Resistência mecânica em função da temperatura de choque térmico para corpos cerâmicos sinterizados a 1450 °C.

Os corpos cerâmicos submetidos ao choque térmico tiveram velocidade e atenuação de ultra-som avaliados, antes e depois do ensaio. A Figura 6.21 mostra os valores de velocidade de ultra-som encontrados. Para cada diferença de temperatura, os valores de velocidade estão representados na forma de barras no diagrama. Uma barra mais clara à esquerda representa o valor da velocidade do

ultra-som no corpo cerâmico antes do ensaio; uma barra mais escura à direita, representa o valor da velocidade após o ensaio.

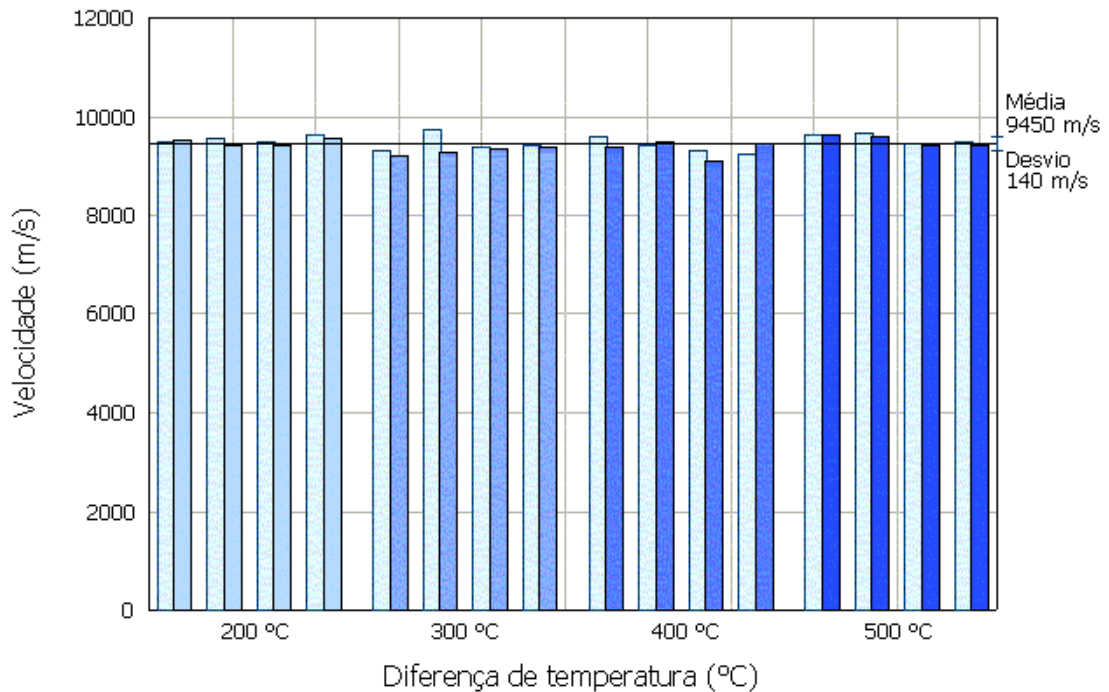


Figura 6.21 - Velocidade do ultra-som nos corpos cerâmicos, antes e depois de submetidos a choque térmico.

Pela análise do gráfico da Figura 6.21, pode-se observar que a velocidade do ultra-som praticamente não sofre alteração com o choque térmico aplicado. Os valores variam em torno da média dentro do limite de precisão do método de determinação das velocidades. O mesmo procedimento foi utilizado para as medidas de atenuação do ultra-som e o resultado está ilustrado na Figura 6.22.



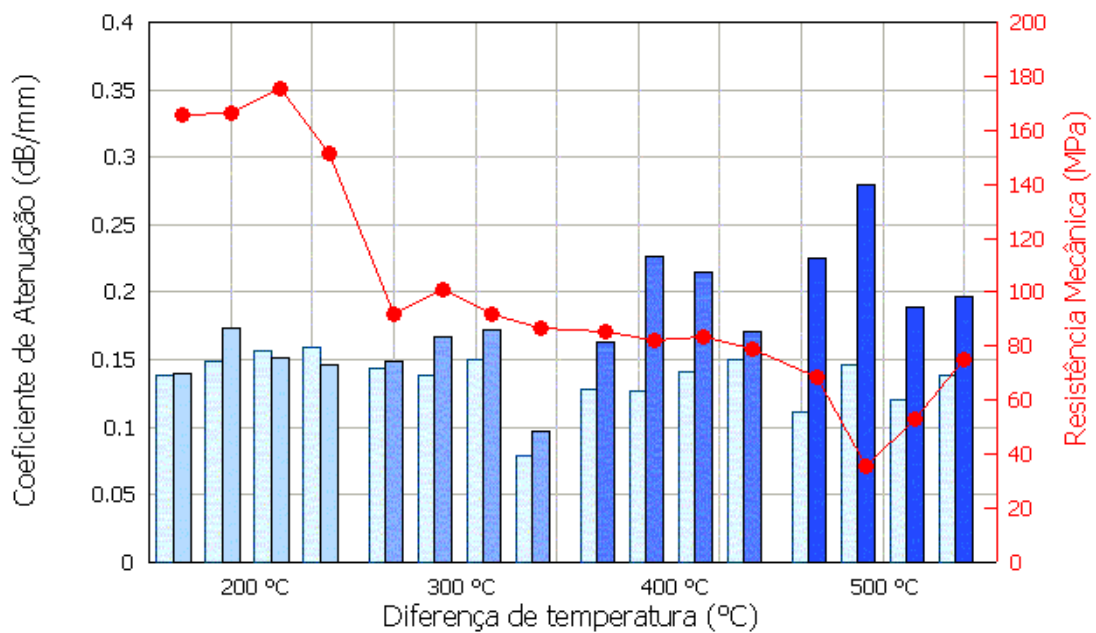


Figura 6.22 – Atenuação do ultra-som nos corpos cerâmicos, antes e depois do choque térmico. Os pontos em vermelho correspondem aos valores de resistência mecânica dos corpos cerâmicos após choque térmico.

Pela análise do gráfico da Figura 6.22 pode-se observar que a atenuação do ultra-som, diferentemente da velocidade, sofre alterações significativas com a aplicação do choque térmico, especialmente para diferenças de temperaturas maiores. Para um choque térmico de 500°C, o coeficiente de atenuação praticamente dobrou, indicando que o material passou a absorver uma fração maior da energia sonora, como consequência da presença de trincas nucleadas para alívio de tensões térmicas. A formação das trincas é a causa também da redução da resistência mecânica dos corpos cerâmicos.

A Tabela 6.6 e a Figura 6.23 apresentam os valores médios do coeficiente de atenuação e da resistência mecânica para as diferentes temperaturas de choque térmico.

Tabela 6.6 - Valores médios do coeficiente de atenuação e da resistência mecânica para diferentes temperaturas de choque térmico.

CT (°C)	$\alpha$ dB/mm	$\sigma_f$ MPa
0	0,1367	181,4
200	0,1527	164,6
300	0,1437	92,9
400	0,1942	82,3
500	0,2204	58,1

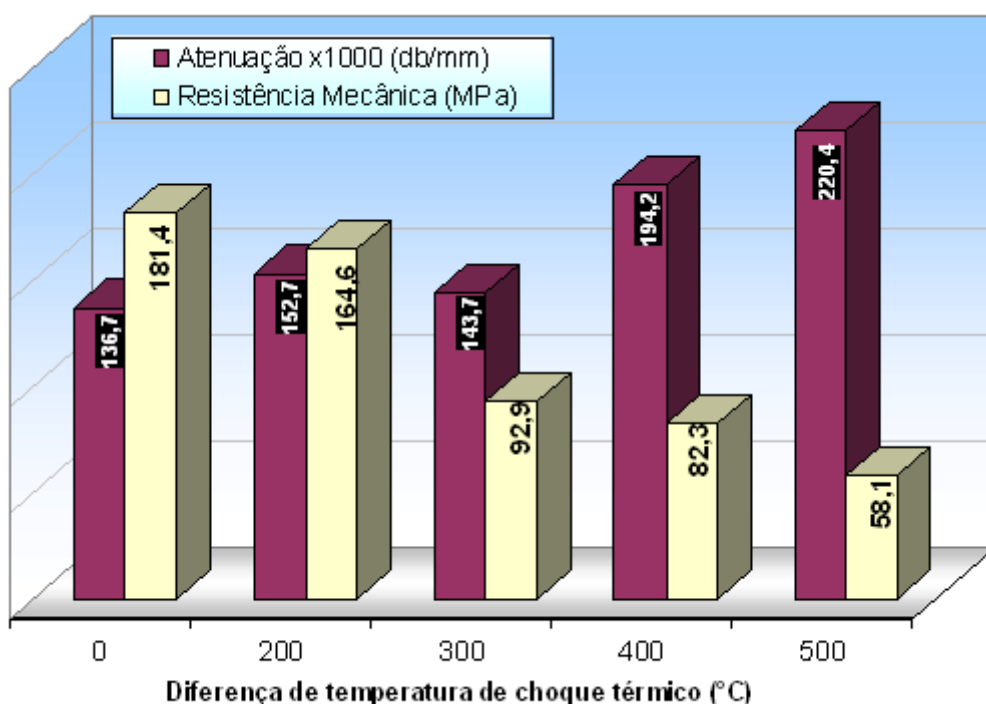


Figura 6.23 - Valores médios do coeficiente de atenuação e resistência mecânica para as diferenças de temperaturas de choque térmico aplicadas.

A Figura 6.23 mostra com mais clareza a tendência encontrada para atenuação e resistência mecânica depois do choque térmico. A atenuação aumenta com o aumento da temperatura de choque térmico e a resistência mecânica residual diminui.

Foram medidas as resistências mecânicas dos corpos-de-prova submetidos ao choque térmico e, portanto, é possível calcular o tamanho do defeito controlador após o choque térmico, utilizando-se o mesmo método iterativo empregado para os corpos-de-prova antes do choque térmico.

A Tabela 6.7 apresenta os defeitos críticos finais médios calculados através da resistência mecânica residual dos corpos-de-prova sinterizados a 1450 °C.

Tabela 6.7 – Temperatura de choque térmico e tamanho médio de defeito controlador final estimado.

<b>TCT</b> °C	<b>c<sub>f</sub> médio</b> mm
0	0,065
200	0,078
300	0,245
400	0,310
500	0,803

A Figura 6.24 apresenta o resultado do ensaio com líquido penetrante para os corpos-de-prova submetidos ao choque térmico. Pode-se observar a formação de trincas pelo choque térmico. O número de trincas formadas pelo choque térmico aumenta à medida que o choque térmico aumenta sua severidade.

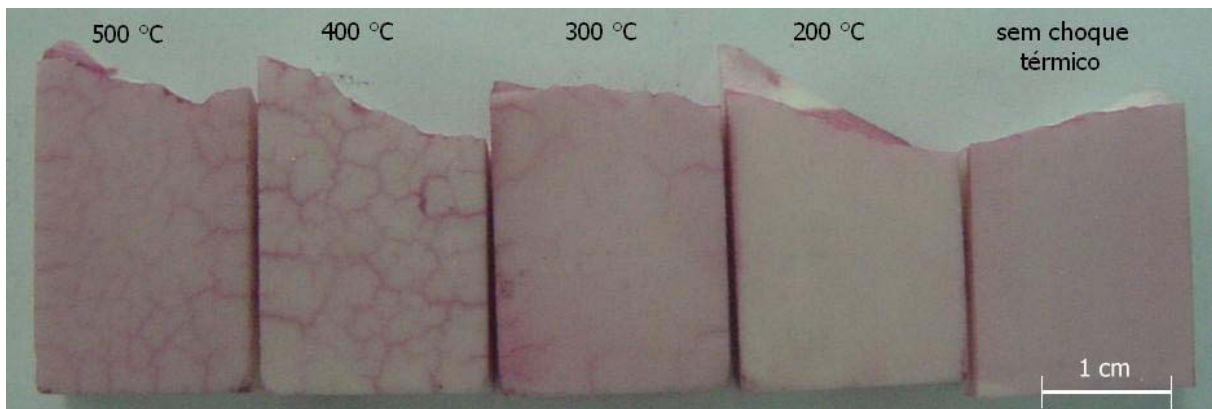


Figura 6.24 - Resultado do ensaio com líquido penetrante dos corpos-de-prova submetidos a choque térmico.

A Figura 6.25 apresenta a curva de Hasselman (Equação 4.16) para o material utilizado neste trabalho (corpos-de-prova sinterizados a 1450 °C). Observa-se que devido ao tamanho inicial da trinca ser muito pequeno (65,2  $\mu\text{m}$  - ponto destacado no gráfico) o segundo termo da equação - dependente do número de defeitos por unidade de volume - poderia ser desprezado.



é, choques térmicos maiores que 70°C estarão na região instável do diagrama e podem produzir trincas capazes de se propagarem, levando à ruptura do material.

#### 6.4 Módulo de elasticidade

O gráfico da Figura 6.26 apresenta o cálculo do módulo de elasticidade dos corpos cerâmicos à base de alumina investigados em função da temperatura de sinterização, com base em equações empíricas encontradas na literatura (Tabela 4.2). As diferentes curvas foram obtidas, utilizando-se a Equação 6.4, derivada da Equação 4.54, pelo isolamento do termo  $V_L$ .

$$V_L = \sqrt{\frac{E \cdot (1 - \mu)}{\rho \cdot (1 + \mu)(1 - 2\mu)}} \quad \text{Equação 6.4}$$

Os valores de velocidade ultra-sônica e densidade foram medidos e são apresentados no Anexo A para cada temperatura de sinterização. O valor de porosidade aparente dos corpos cerâmicos para cada temperatura de sinterização praticada foi determinado experimentalmente. O coeficiente de Poisson foi assumido como 0,24, com base na literatura<sup>[86]</sup>. Os valores de  $E_o = 280$  GPa,  $\alpha_o = 0,079$  dB/mm e  $\rho_o = 3,54$ , foram tomados pela média dos três corpos cerâmicos sinterizados a 1600 °C que apresentaram os menores valores de porosidade aparente (entre 0 e 0,04%).

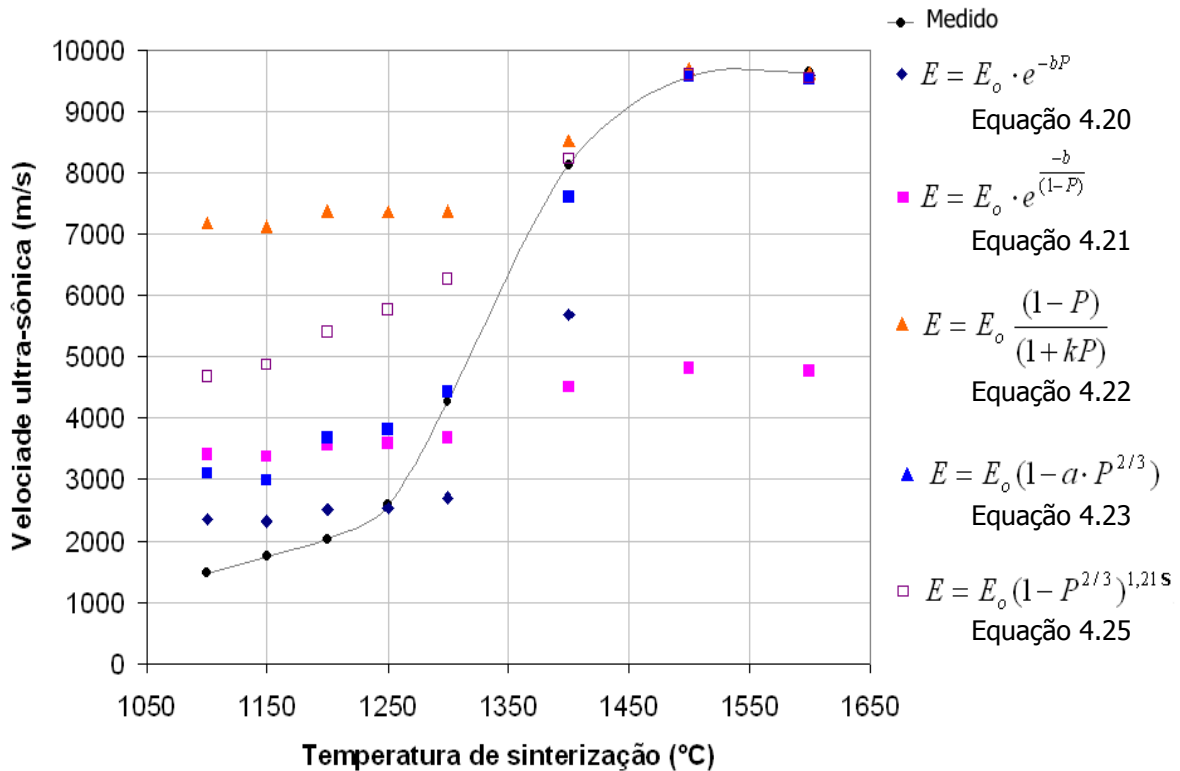


Figura 6.26 – Simulação para as equações de dependência do módulo de elasticidade com a porosidade.

A Figura 6.27 apresenta uma composição de micrografias obtidas com microscópio eletrônico de varredura e aumento de 500x de corpos cerâmicos à base de alumina, sinterizados a 1100°C, 1300°C e 1500°C. Pode-se observar que para a temperatura de sinterização de 1100°C o material apresenta-se ainda praticamente granulado, com sinterização muito incipiente, com poros irregulares. Para a temperatura de sinterização de 1300°C, já se observam os efeitos do transporte de massa promovendo a ligação de partículas próximas e um começo da homogeneização da porosidade. Na temperatura de sinterização de 1500°C, o material está bem mais densificado, porém apresentando ainda porosidade. Esta porosidade, se comparada à porosidade dos corpos cerâmicos sinterizados a 1100°C e 1300°C, é de morfologia bem mais esférica.

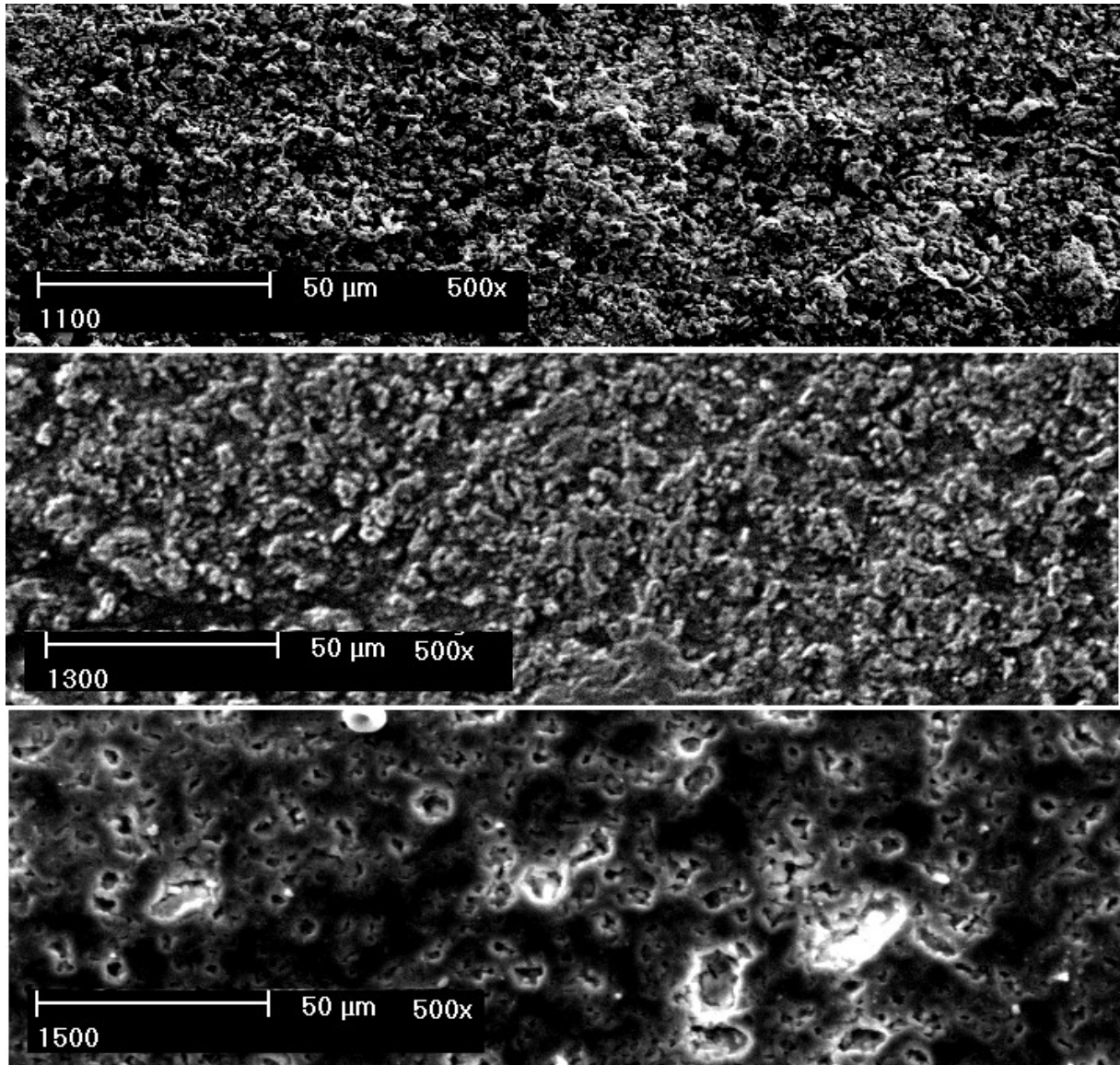


Figura 6.27 – Micrografias obtidas com aumento de 500x em MEV dos corpos cerâmicos sinterizados a 1100°C, 1300°C e 1500°C.

A Figura 6.28 apresenta a confrontação entre o módulo de elasticidade medido através da técnica de ultra-som e o calculado a partir das constantes de ajuste para as equações selecionadas.

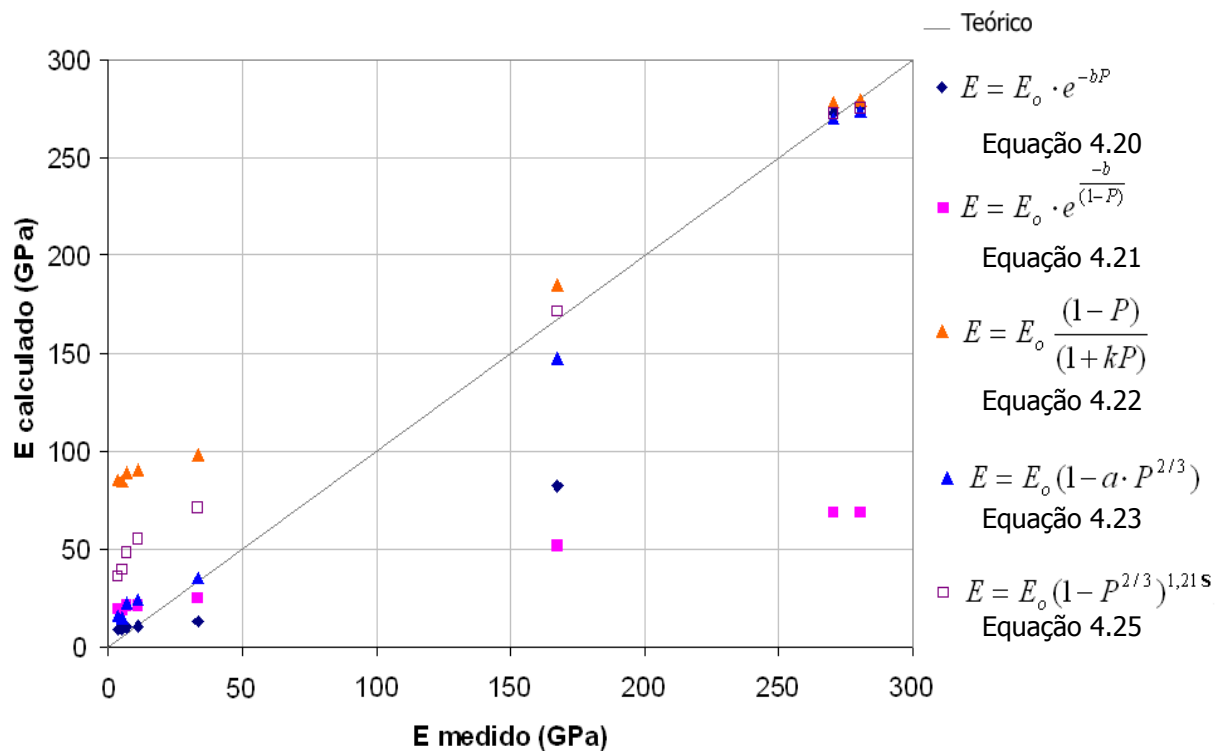


Figura 6.28 – Comparação entre o módulo de elasticidade medido através da técnica de ultra-som e o calculado a partir das constantes de ajuste para as equações selecionadas.

Pelo gráfico da Figura 6.28, pode-se constatar que a melhor correlação entre as equações avaliadas e os dados obtidos pela técnica de ultra-som foi a da Equação 4.23, para todo o intervalo de temperatura de sinterização investigado. A Equação 4.25 e a Equação 4.22 apresentaram significativa discrepância para as temperaturas mais baixas. Acredita-se que, a questão da aplicabilidade da equação em função do nível de porosidade deve ter sido o principal fator para essa discrepância. A Equação 4.21 ficou aquém de uma correlação satisfatória, tanto para temperaturas de sinterização mais elevadas quanto para as temperaturas de sinterização mais baixas. Já a Equação 4.20 apresenta uma correlação mais satisfatória para as temperaturas de sinterização mais altas, tendo em vista que sua aplicabilidade ocorre para corpos cerâmicos com porosidades mais baixas, tendência natural dos corpos cerâmicos submetidos a temperaturas de sinterização mais elevadas.

Os parâmetros de ajustes das equações investigadas (**b**, **k**, **u**, **p**, **q**), sem clara relação com a estrutura, e os parâmetros **m** e **s**, relacionados à forma e orientação dos poros, bem como a relação **z/x** (razão entre os eixos dos poros), devem ter sido



fatores de interferência significativa na correlação entre os valores teóricos e os calculados a partir dos dados obtidos.

Considerando os resultados obtidos, pode-se portanto generalizar que as equações com parâmetros de ajuste constante comportam-se bem nas temperaturas de sinterização mais altas, tendo um desvio bastante grande à medida que a temperatura de sinterização diminui. Assim, a Equação 4.21 não apresentou uma boa reprodutibilidade, e isto era esperado, pois foi proposta para porosidades maiores que 50%. A Equação 4.25 tem um termo dependente das dimensões relativas dos poros, que foi calculado de forma aproximada, apenas para ilustração, a partir da análise das micrografias da Figura 6.27. Pelo sistema investigado, é válido supor que a porosidade inicial seja irregular, progredindo com o aumento da temperatura de sinterização para uma distribuição de poros com morfologia mais esférica.

A Figura 6.29 apresenta uma micrografia obtida com microscópio eletrônico de varredura e aumento de 84x de um corpo cerâmico sinterizado a 1100°C. Pode-se observar que a porosidade é preponderantemente irregular, porém, sem atingir os valores de relação entre eixos exigidos para satisfazer as condições de ajuste. Nesta temperatura seria necessária uma relação entre eixos de 1:17 para que a Equação 4.25 fosse satisfeita. Mesmo considerando que haja orientação preferencial dos poros pode-se inferir que a faixa de aplicação da equação é mais limitada que a obtida neste trabalho.

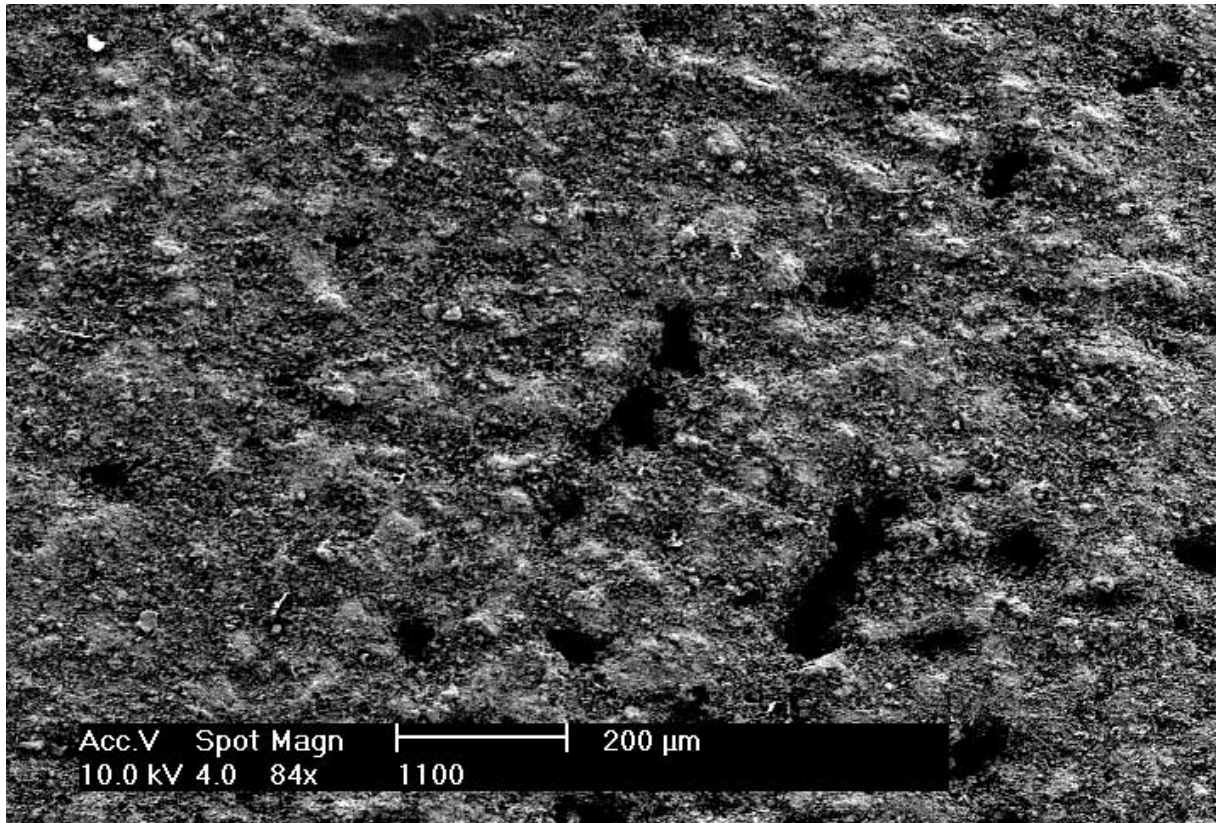


Figura 6.29 – Micrografia obtida com aumento de 84x em MEV de um corpo cerâmico sinterizado a 1100°C.

## 7 CONCLUSÕES

A partir dos resultados obtidos no desenvolvimento deste trabalho, pode-se inferir as seguintes conclusões:

### **Relações entre as propriedades acústicas do material e sua microestrutura**

- A medida da velocidade da onda ultra-sônica é capaz de identificar o efeito da temperatura de sinterização sobre a porosidade para os corpos cerâmicos à base de alumina investigados. Esse comportamento foi constatado para todos os corpos cerâmicos à base de alumina investigados e permitiu definir uma correlação de natureza quadrática entre a velocidade da onda ultra-sônica e a densidade dos corpos cerâmicos. Assim, possibilitando a aplicação do ensaio de ultra-som para verificar a compactação à verde de peças cerâmicas.
- A porosidade tem efeito inverso para a atenuação em comparação com a velocidade do ultra-som, isto é, à medida que a densidade dos corpos cerâmicos se aproxima da densidade teórica, pela intensificação do processo de sinterização, a velocidade de deslocamento da onda sonora aumenta e a sua atenuação diminui.
- O número de picos detectados pode ser utilizado como um indicativo do coeficiente de atenuação e, portanto, do grau de sinterização do material.
- Da mesma forma que a medida da velocidade da onda ultra-sônica, a medida do coeficiente de atenuação é capaz de constatar a variação da densificação de um corpo cerâmico em função da pressão de compactação durante a etapa de prensagem.

## **Relações entre as propriedades acústicas do material e suas propriedades mecânicas**

- A medida da velocidade de propagação da onda ultra-sônica no corpo cerâmico foi eficiente para constatar o aumento da resistência mecânica em função da densificação experimentada pelo corpo cerâmico, seja quando este foi submetido a temperaturas de sinterização crescentes ou por um aumento da pressão de compactação durante a prensagem.
- O coeficiente de atenuação da onda ultra-sônica medido para os corpos cerâmicos à base de alumina foi capaz de correlacionar o aumento da resistência mecânica com o aumento da densificação do corpo cerâmico e sua leve redução com o crescimento do grão, para a extrapolação do tempo de queima dos corpos cerâmicos.
- Utilizando-se a estatística de Weibull, constatou-se que o coeficiente de atenuação apresenta distribuição de valores semelhante à encontrada para a resistência mecânica. Assim, abre-se a possibilidade de que o coeficiente de atenuação seja utilizado para avaliação da confiabilidade do material cerâmico, dispensando-se a necessidade do ensaio destrutivo.
- A variação da resistência mecânica em função do grau de sinterização, porosidade, tipo e orientação dos poros ou descontinuidades, pôde ser relacionada com a atenuação e com a velocidade de propagação das ondas ultra-sônicas através da equação:  $\sigma_f = 1,75 \cdot V_L \cdot \rho^2 \cdot e^{-\alpha}$ . A aproximação entre os valores de resistência mecânica e os valores de coeficiente de atenuação permite a ampliação dos campos de aplicação das técnicas de ultra-som.
- A velocidade ultra-sônica praticamente não sofre alteração com a aplicação de um choque térmico. A atenuação, no entanto, sofre alterações significativas com a aplicação do choque térmico, aumentando com o aumento da diferença de temperatura.
- Entre as equações avaliadas, a melhor correlação para descrever a variação do módulo de elasticidade em função da porosidade em todo o intervalo de temperaturas de sinterização investigado foi  $E = E_0 \cdot (1 - a \cdot P^{2/3})$ .

## **8 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS**

A partir da realização deste trabalho, pode-se sugerir como trabalhos futuros:

- Aplicação dos resultados aqui obtidos em diferentes materiais cerâmicos, tais como, cerâmica vermelha, cerâmica branca, concretos e cimentos, vidros e vitrocerâmicos;
- Ampliação do intervalo frequências na faixa de 250 kHz a 25 MHz para estabelecer os parâmetros necessários para concluir sobre a possibilidade de medida de danos por choque térmico e influência do tamanho do grão dos materiais;
- Determinar a velocidade de ondas transversais a fim de estimar experimentalmente o coeficiente de Poisson para densidade variável, e assim, aprimorar as análises das equações de estimativa de módulo de elasticidade e resistência mecânica;
- Averiguar experimentalmente a aplicação da técnica de ultra-som para a estimativa da vida útil de materiais cerâmicos submetidos a um estado de tensões sub-críticas.

## 9 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

---

- <sup>1</sup> **Alumina as a ceramic material.** The American Ceramic Society, Inc. Special Publication No. 4.
- <sup>2</sup> SMITH W. F. **Princípios de Ciência e Engenharia de Materiais.** McGraw Hill Ed. de Portugal Ltda. 3ª. ed. 1998.
- <sup>3</sup> IRIS, P. **Matérias-primas Cerâmicas.** Apostila do 2º Curso Nacional de Verão: Novos materiais, São Carlos, 1990.
- <sup>4</sup> ATKINS, A. G. e MAI, Y. W. **Elastic and plastic fracture.** John Wiley & Sons. New York, 1985.
- <sup>5</sup> VAN VLACK, L. H. **Propriedades dos Materiais Cerâmicos.** Ed. Edgard Blücher Ltda, 1973.
- <sup>6</sup> VAN VLACK, L. H. **Princípios de Ciência dos Materiais.** Ed. Edgard Blücher Ltda, 1970.
- <sup>7</sup> KINGERY, W. D. **Introduction to Ceramics.** 2ª Ed. John Wiley & Sons, New York, 1976.
- <sup>8</sup> BENGISU, M. **Engineering Ceramics.** Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2001.
- <sup>9</sup> GRIFFITH, A. A. **The Phenomena of Rupture and Flow in Solids.** Phil. Trans. Royal Soc., A 221, 163-198. London, 1921. Citado por Van Vlack.
- <sup>10</sup> HÜBNER, H. **Mechanical Properties of Advanced Engineering Ceramics.** Apostila do Curso de Pós-Graduação UFRGS-PPGEM, Porto Alegre, 2001.
- <sup>11</sup> POLAKOWSKI, N. H. e RIPLING, E. J. **Strenght and structure of engineering materials.** Prentice-Hall, Inc. New Jersey, 1966.
- <sup>12</sup> CHERMANT, J. L.; OSTERTOOCK, F. e VADAM, G. **Utilisation de la mécanique de la rupture dans le cas de matériaux fragiles.** *Verres Réfrat*, 3 (6):p. 843-857,

---

1979.

<sup>13</sup> KONZEN, C. R. **Avaliação da resistência ao choque térmico da zirconita aditivada com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-TiO<sub>2</sub> oriundo de um rejeito industrial.** Tese de Mestrado, PPGEM – Porto Alegre, 1997.

<sup>14</sup> MADRUGA, T. P. **Estudo dos danos provocados por choque térmico em duas aluminas.** *Tese de Mestrado*, IME – Rio de Janeiro, 1982.

<sup>15</sup> PANDOLFELLI, V. C. e FADEL, M. T. **Choque térmico em cerâmicas avançadas e refratários.** *Cerâmica*, v. 35 (228), pp. 1-6, 1989.

<sup>16</sup> HASSELMANN, D. P. H. **Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 52 (11), pp. 600-604, 1969.

<sup>17</sup> BERRY, J. P. **Some kinetic considerations of the Griffith criterion for fracture.** *J. Mech. Phys. Solids*, 8 [3] pp. 194-217, 1960. Citado por Hasselman.

<sup>18</sup> LEWIS, D. **Thermal shock and thermal fatigue testing of ceramics with the water quench test.** In: *Fracture mechanics of ceramics*, v. 5, pp. 487, ed. R. Bradt, A. G. Evans, D. P. H. Hasselman & D. E. Lange. Plenum Press, New York, 1983.

<sup>19</sup> LUTZ, H. E. e SWAIN, M. V. **Interrelation among flaw resistance, KR-curve behavior and thermal shock strength degradation in ceramics. I. Theoretical considerations.** *Journal of the European Ceramic Society*, v. 8 pp. 355-363, 1991.

<sup>20</sup> SCHNEIDER, G. A. **Thermal shock criteria for ceramics.** *Ceramics International* 0232-8842/91/503.50. Elsevier Science Publishers Ltd., 1991.

<sup>21</sup> BOCCACCINI, A. R. e FAN, Z. **A new approach for the Young's modulus-porosity correlation of ceramic materials.** *Ceramics International*, v. 23, pp. 239-245, 1997.

<sup>22</sup> RICE, R. W., **Microstructure dependence of mechanical behaviour of ceramics.** In: *Treatise on Materials Science and Technology*, pp. 199-381, ed. R.

---

McCrone. Academic Press, New York, 1977.

<sup>23</sup> KNUDSEN, F. P. **Dependence of mechanical strength of brittle polycrystalline specimens on porosity and grain size.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 42, pp. 376-388, 1959.

<sup>24</sup> HASHIN, Z. **Elastic moduli of heterogeneous materials.** *J. Appl. Mech.* v. 29, pp. 143-150, 1962.

<sup>25</sup> BROWN, S. D.; BIDDULPH, R. B. e WILCOX, P. D. **A strength-porosity relation involving different pore geometry and orientation.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 47, pp. 320-322, 1964.

<sup>26</sup> JANOWSKI, K. R. e ROSSI, R. C. **Elastic behaviour of MgO matrix composites.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 50, pp. 599-603, 1967.

<sup>27</sup> BOCCACCINI, A. R.; ONDRACEK, G.; MAZILU, P. e WINDELBERG, D. **On the effective Young's modulus of elasticity for porous materials: microstructure modelling and comparison between calculated and experimental values.** *J. Mech. Behav. Mater.*, v. 4, pp. 119-128, 1993.

<sup>28</sup> HASSELMAN, D. P. H. **On the porosity dependence of the elastic moduli of polycrystalline refractory materials.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 45, pp. 452-453, 1962.

<sup>29</sup> RAMAKRISHNAN, N. e ARUNACHALAM, V. S. **Effective elastic moduli of porous ceramic materials.** *J. Am. Ceram. Soc.* v. 76, pp. 2745-2752, 1993.

<sup>30</sup> PHANI, K. K.; NIYOGI, S. K. e DE, A. K. **Porosity dependence of fracture mechanical properties of reaction sintered Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.** *J. Mater. Sci. Lett.*, v. 7, pp. 1253-1256, 1988.

<sup>31</sup> MAITRA, A. K. e PHANI, K.K. **Ultrasonic evaluation of elastic parameters of sintered powder compacts.** *J. Mater. Sci.*, v. 29, pp. 4415-4419, 1994.

<sup>32</sup> WAGH, A. S.; SINGH, J. P. e POEPEL, R. B. **Dependence of ceramic fracture properties on porosity.** *J. Mater. Sci.* v. 28, pp. 3589-3593, 1993.

<sup>33</sup> KRÜGER, S. E. **Caracterização microestrutural de ferros fundidos por**



---

**ultra-som.** *Tese de Doutorado.* Programa de Pós-Graduação em Engenharia da Universidade Federal do Rio de Janeiro COPPE/UFRJ. Rio de Janeiro, 1999.

<sup>34</sup> BOCCACCINI, D. N. e BOCCACCINI, A. R. **Effect of pore shape on the ultrasonic-velocity-porosity correlation in the sintered materials.** *Journal of Materials Science Letters*, v. 16, pp. 623-625, 1997.

<sup>35</sup> BOCCACCINI, D. N. e BOCCACCINI, A. R. **Dependence of ultrasonic velocity on porosity and pore shape in sintered materials.** *Journal of Nondestructive Evaluation*, v. 16, n. 4, pp. 187-192, 1997.

<sup>36</sup> FREIMAN, S. W. **Effects of Chemical Environments on Slow Crack Growth in Glasses and Ceramics.** *Journal of Geophysical Research*, 89 (B6), pp. 4072-4076, 1984.

<sup>37</sup> XAVIER, C. e HUBNER, H. W. **A degradação temporal da resistência mecânica de uma alumina pura. Parte I: Determinação dos parâmetros do crescimento subcrítico de trincas.** *Cerâmica*, 28 (149), pp. 161-176, 1982.

<sup>38</sup> XAVIER, C. e HUBNER, H. W. **A degradação temporal da resistência mecânica de uma alumina pura. Parte II: Verificação das previsões do *proof testing*.** *Cerâmica*, 28 (154), pp. 397-404, 1982.

<sup>39</sup> SHACKELFORD, J. F. **Introduction to Materials Science for Engineers.** 5<sup>a</sup>. Ed. Prentice Hall, New Jersey, 2000.

<sup>40</sup> CALLISTER, W. D. **Materials Science and Engineering: An Introduction.** Ed. John Wiley & Sons Inc. 4. ed. New York. 1997.

<sup>41</sup> WACHTMAN, J. B. **Mechanical Properties of Ceramics.** *John Wiley & Sons.* New York, 1996.

<sup>42</sup> WEISSTEIN, E. W. **Normal Distribution.** In: MathWorld - A Wolfram Web Resource. <http://mathworld.wolfram.com/NormalDistribution.html> Acesso em 13/08/2004.

<sup>43</sup> WEIBULL, W. *J. Applied Mech*, V. 18, pp. 293, 1951. Citado por Papargyris.

<sup>44</sup> STEVE, R. **Design with Ceramics: 1- Weibull Statistics.** Oxford Materials:

---

Strong Solids Group. [http://users.ox.ac.uk/~roberts/sgrgroup/lectures/designceram/weibull\\_ho.pdf](http://users.ox.ac.uk/~roberts/sgrgroup/lectures/designceram/weibull_ho.pdf). Acesso 10 de agosto 2004.

<sup>45</sup> NEVILLE, D. J. *Int. J. of Fracture*. V.36, pp. 233, 1990. Citado por Papargyris.

<sup>46</sup> PAPARGYRIS, A. D. **Estimator type and population size for estimating the Weibull Modulus in ceramics.** *Journal of the European Ceramic Society*, v. 18, pp. 451-455, 1998.

<sup>47</sup> WARREN, P. D. **Fracture of brittle materials: effects of test method and threshold stress on the Weibull modulus.** *Journal of the European Ceramic Society*, v. 21, pp. 335-342, 2001.

<sup>48</sup> LEISER, D.B, e WHITTEMORE, O. J. **Compaction behavior of ceramic particles.** *American Ceramic Society Bulletin*, 1970.

<sup>49</sup> SCHNEIDER JR., S. J. **Engineered Materials Handbook.** V. 4 Ceramics and Glasses, ASM International, 1991.

<sup>50</sup> MARQUES, C. M., **Estudo de Propriedades de Materiais Cerâmicos a Base de Cordierita Conformados vai Eletroforese.** Dissertação de Mestrado, PPGEM, UFRGS, Porto Alegre, 2000.

<sup>51</sup> COUREL FILHO, H. **Ensaio por ultra-som.** *METALURGIA & MATERIAIS*, v. 59 (534), pp. 346-348, 2003.

<sup>52</sup> KRAUTKRÄMER, J e KRAUTKRÄMER, H. **Ultrasonic Testing of Materials.** *Springer-Verlag*, 1983.

<sup>53</sup> MITIDIERI, C. H. A. **Ensaio ultra-sônico com composição espectral.** *Dissertação de Mestrado.* Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Minas, Metalúrgica e de Materiais, PPGEM. Porto Alegre, 1996.

<sup>54</sup> **NDT Resource Center.** Página *Web* acesso em 12/05/2004. <http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Ultrasonics/Physics/attenuation.htm>

<sup>55</sup> PAPADAKIS, E. P. **Ultrasonic attenuation caused by scattering in polycrystalline media.** *Physical Acoustics*, V. IV – B, Academic Press. New York, 1968.

- 
- <sup>56</sup> DELSANTO, P. P. e HIRSEKORN. **A unified treatment of nonclassical nonlinear effects in the propagation of ultrasound in heterogeneous media.** *Ultrasonics*, v. 42, pp. 1005-1010, 2004.
- <sup>57</sup> BABICK, F.; HINZE, F. e RIPPERGER, S. **Dependence of ultrasonic attenuation on the material properties.** *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, v. 172, pp. 33-46, 2000.
- <sup>58</sup> NELLIGAN, T. J. **An introduction to ultrasonic material analysis.** *Panametrics NDT*. In: [http:// www.panametrics-ndt.com/ndt/ ndt\\_technology/ material\\_analysis .html](http://www.panametrics-ndt.com/ndt/ndt_technology/material_analysis.html). Acesso em 25/08/2004.
- <sup>59</sup> METALS HANDBOOK, **Nondestructive Inspection and Quality Control.** 8<sup>th</sup> ed., V. 11, American Society for Metals, 1976.
- <sup>60</sup> [http:// www.ndt-ed.org /EducationResources /CommunityCollege /Ultrasonics /Reference%20Information/ UT/ ut\\_matlprop\\_ceramics.htm](http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Ultrasonics/Reference%20Information/UT/ut_matlprop_ceramics.htm). Acesso em 20/10/2003.
- <sup>61</sup> FRITSCH, C. e VECA, A. **Detecting small flaws near the interface in pulse-echo.** *Ultrasonics*, v. 42, pp. 797-801, 2004.
- <sup>62</sup> BHARDWAJ, M. C. **Non-contact ultrasound: The last frontier in non-destructive testing and evaluation.** *Encyclopedia of Smart Materials*. John Wiley & Sons. New York, 2001.
- <sup>63</sup> STOESSEL, R.; KROHN, N.; PFLEIDERER, K. e BUSSE, G. **Air-coupled ultrasound inspection of various materials.** *Ultrasonics*, v. 40, pp. 159-163, 2002.
- <sup>64</sup> SINGH, K. J., MATSUDA, Y., HATTORI, K., NAKANO, H., NAGAI, S. **Non-cotact sound velocities and attenuation measurements of several ceramics at elevated temperatures.** *Ultrasonics*, v. 41, pp. 9-14, 2003.
- <sup>65</sup> WHITE, R. M. **Generation of elastic waves by transient surface heating.** *Journal of Applied Physics*. v. 34, n. 12, pp. 3559-3567, 1963. Citado por Kruger.
- <sup>66</sup> BHARDWAJ, M. C.; NEESON, I e STEAD, G. **Introduction to contact-free ultrasonic characterization and analysis of consolidated materials.** In:

---

*Application of non-destructive evaluation in powder metals seminar.* Iowa State University, Ames, 2000.

<sup>67</sup> BHARDWAJ, M. C. **High transduction piezoelectric transducers and introduction of non-contact analysis.** *Encyclopedia of Smart Materials*, John Wiley & Sons, New York, 2000.

<sup>68</sup> BHARDWAJ, M.; KULKARNI, N. e MOUDGIL, B. **Ultrasonic characterization of green and sintered ceramics: I, Time Domain.** *American Ceramic Society Bulletin*, v. 73, No. 6, 1994.

<sup>69</sup> BHARDWAJ, M.; KULKARNI, N. e MOUDGIL, B. **Ultrasonic characterization of green and sintered ceramics: II, Frequency Domain.** *American Ceramic Society Bulletin*, v. 73, No. 7, 1994.

<sup>70</sup> KRAUTKRÄMER, Application Report 04/97.

<sup>71</sup> WHITE, M. A. **Properties of Materials.** OXFORD University Press. New York, 1999.

<sup>72</sup> KRAUTKRÄMER, Application Report 11/96.

<sup>73</sup> NIYOGI, S. K. e DAS, A. C. **Prediction of thermal shock behaviour of castable refractories by sonic measurements.** *Interceram* – V. 43 (6), 1994.

<sup>74</sup> <http://www.panametrics.com/ndt/theory>. Acesso em 25/08/2004.

<sup>75</sup> ÖZTÜRK, T.; KROGGEL, O. e GRÜBL, P. **Propagation of ultrasound in concrete - spatial distribution and development of the Young's modulus.** In: International Symposium *Non-Destructive Testing in Civil Engineering 2003*. [www.ndt.net/article/ndtce03/papers/v065/v065.htm](http://www.ndt.net/article/ndtce03/papers/v065/v065.htm) Acesso em 25/08/2004.

<sup>76</sup> MARIS, H. J. **Physical Acoustics.** W. P. Mason and R. N. Thurston (eds.), v. VIII, Academic, New York, 1971.

<sup>77</sup> **NDT Resource Center.** Página *Web* acesso em 12/05/2004. <http://www.ndt-ed.org/EducationResources/CommunityCollege/Ultrasonics/MeasurementTech/attenuationmeasure.htm>

- 
- <sup>78</sup> KENDERIAN, S.; BERNDT, T. P.; GREEN JR, R. E. e DJORDJEVIC, B. B. **Ultrasonic monitoring of dislocations during fatigue of pearlitic rail steel.** *Materials Science and Engineering*, A348, pp. 90-99, 2003.
- <sup>79</sup> TRUEL, R. e HIKATA, A. **Watertown Arsenal Technical Report.** Report No. WAL 143/14-47, pp.14, 1956. Citado por KENDERIAN.
- <sup>80</sup> GRANATO, A. e LÜCKE, K. J. *Appl. Phys.* 27, 583, 1956. Citado por KENDERIAN.
- <sup>81</sup> GRANATO, A. e LÜCKE, K. J. *Appl. Phys.* 27, 789, 1956. Citado por KENDERIAN.
- <sup>82</sup> HULL, J. B.; LANGTON, C. M.; BARKER, S. e JONES, A. R. **Identification and characterisation of materials by broadband ultrasonic attenuation analysis.** *Journal of Materials Processing Technology*, v. 56, pp. 148-157, 1996.
- <sup>83</sup> ELSSNER, G.; HOVEN, H.; KIESSLER, G. e WELLNER, P. **Ceramics and ceramic composites: Materialographic Preparation.** Elsevier Science Inc, 1999.
- <sup>84</sup> HOLLMANN, J. P. **Experimental Methods for Engineers.** 6<sup>a</sup> ed, Mc Graw-Hill, pg.49, 1996.
- <sup>85</sup> ANSON, L. W.; CHIVERS, R. C. e PUTTICK, K. E. **On the feasibility of detecting pre-cracking fatigue damage in metal-matrix composites by ultrasonic techniques.** *Composites Science and Technology* , v. 55, pp. 63-73, 1995.
- <sup>86</sup> DÖRRE, E. e HÜBNER, H. **Alumina Processing, Properties, and Applications.** Springer-Verlag, p. 76, 1984.

## **ANEXO A**

Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho.

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho.

<b>Código T-Nº</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
110-01	60,57	20,29	7,53	17990	60,35	1,1539	1581,3	1,944
110-02	60,58	20,32	8,43	19920	60,34	1,1894	1592,7	1,920
110-03	60,57	20,29	8,86	20849	60,35	0,9973	1511,4	1,915
110-04	60,64	20,31	10,42	24627	60,35	1,1821	1638,9	1,919
110-05	60,63	20,32	10,88	25609	60,36	0,9595	1598,1	1,911
110-06	60,66	20,27	12,03	28448	60,37	0,9898	1617,7	1,923
110-07	60,60	20,31	11,60	27523	60,34	0,6768	1642,4	1,928
110-08	60,60	20,27	11,21	26527	60,36	0,8219	1634,9	1,926
110-09	60,60	20,27	9,09	21787	60,34	0,8735	1572,9	1,951
110-10	60,57	20,26	9,52	22795	60,35	0,9941	1587,4	1,951
110-11	60,60	20,31	7,94	18977	60,40	1,1193	1545,4	1,942
110-12	60,62	20,30	7,94	19040	60,34	1,2417	1562,9	1,949
110-13	60,60	20,30	7,95	19002	60,36	1,1364	1491,2	1,943
110-14	60,56	20,27	7,91	18986	60,35	1,2210	1398,0	1,955
110-15	60,59	20,27	8,03	18961	60,36	1,3465	1582,4	1,923
110-16	60,57	20,28	7,92	18984	60,34	1,1385	1485,1	1,951
110-17	60,59	20,30	7,89	18927	60,36	1,3868	1565,0	1,950
110-18	60,64	20,27	7,94	18992	60,37	1,2188	1502,8	1,946
110-19	60,60	20,27	7,98	18974	60,38	1,2551	1392,1	1,936
110-20	60,59	20,26	7,94	18999	60,37	1,1366	1377,9	1,949
110-21	60,60	20,26	7,96	19002	60,36	1,0828	1398,3	1,944
110-22	60,63	20,29	8,00	18983	60,37	1,3630	1491,6	1,929
110-23	60,59	20,29	7,93	18973	60,37	1,1124	1407,4	1,946
110-24	60,60	20,30	7,93	18987	60,36	1,2057	1422,9	1,946
110-25	60,61	20,28	7,96	18974	60,32	1,2051	1433,4	1,939
110-26	60,57	20,27	10,03	23737	60,35	0,8564	1465,2	1,928
110-27	60,59	20,27	8,01	18970	60,33	0,9705	1532,5	1,928
110-28	60,62	20,26	7,97	18955	60,34	1,2162	1518,0	1,936
110-29	60,65	20,27	7,96	18957	60,33	1,1674	1506,4	1,937
110-30	60,60	20,27	7,90	18953	60,38	1,2680	1573,3	1,953
110-31	60,70	20,29	8,00	18981	60,36	1,1082	1425,9	1,926
110-32	60,58	20,27	8,02	18988	60,34	1,4680	1462,1	1,928
110-33	60,61	20,27	7,90	18937	60,32	1,3600	1378,8	1,951
110-34	60,63	20,29	7,94	18979	60,34	1,1292	1566,7	1,943
110-35	60,61	20,28	7,97	19001	60,36	1,1573	1472,3	1,940
110-36	60,59	20,27	7,89	18955	60,32	1,1654	1490,9	1,956
110-37	60,61	20,28	8,02	18953	60,33	1,0295	1583,3	1,923
110-38	60,58	20,27	7,99	19033	60,36	1,0429	1490,2	1,940
110-39	60,61	20,27	8,01	18966	60,36	1,0483	1445,2	1,927
110-40	60,61	20,28	7,98	18972	60,34	1,1248	1509,0	1,934
110-41	60,61	20,29	7,91	18950	60,34	1,1926	1490,1	1,948
110-42	60,54	20,26	7,08	17048	60,37	1,3571	1493,9	1,963
110-43	60,56	20,29	7,98	18973	60,33	0,9851	1489,5	1,935
110-44	60,56	20,27	7,88	18897	60,37	1,3087	1489,4	1,954
110-45	60,61	20,29	7,92	18950	60,36	1,2701	1494,9	1,946
110-46	60,57	20,29	7,91	18971	60,36	1,0937	1502,1	1,952
110-47	60,57	20,28	7,91	18956	60,34	1,3304	1481,9	1,951
110-48	60,61	20,27	7,89	18907	60,34	1,1914	1425,3	1,951
110-49	60,59	20,26	7,91	18996	60,34	1,2334	1428,3	1,956
110-50	60,59	20,25	7,99	18986	60,35	1,2807	1439,5	1,937

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
110-51	60,55	20,25	7,90	18963	60,33	1,3694	1520,3	1,958
110-52	60,57	20,29	7,91	18975	60,34	1,2933	1535,5	1,952
115-01	60,60	20,35	7,92	18994	60,35	0,9313	1727,5	1,945
115-02	60,60	20,29	7,90	18945	60,35	1,0987	1771,3	1,950
115-03	60,57	20,28	7,92	18984	60,35	0,9085	1689,3	1,951
115-04	60,57	20,27	7,88	18976	60,32	0,9437	1767,4	1,961
115-05	60,57	20,32	7,87	18956	60,36	0,8692	1718,8	1,957
115-06	60,56	20,26	7,87	18948	60,32	0,8404	1694,7	1,962
115-07	60,60	20,24	7,88	18979	60,32	0,8345	1759,6	1,964
115-08	60,56	20,28	7,87	18970	60,32	0,7882	1781,4	1,963
115-09	60,56	20,26	7,88	18906	60,32	0,6670	1786,9	1,955
115-10	60,58	20,30	7,90	19010	60,32	0,9477	1778,5	1,957
115-11	60,54	20,33	7,88	18963	60,31	0,7934	1807,3	1,955
115-12	60,54	20,27	7,89	18993	60,33	1,0937	1803,5	1,962
115-13	60,56	20,32	7,90	18976	60,32	1,0946	1629,6	1,952
115-14	60,57	20,30	7,91	18953	60,32	1,2483	1816,0	1,949
115-15	60,57	20,26	7,91	19000	60,33	1,0096	1681,5	1,957
115-16	60,58	20,32	7,90	18982	60,32	1,0428	1799,2	1,952
115-17	60,55	20,27	7,85	18981	60,32	0,8816	1781,6	1,970
115-18	60,57	20,30	7,83	18976	60,31	1,1550	1685,2	1,971
115-19	60,61	20,27	7,90	19006	60,33	0,8990	1780,7	1,958
115-20	60,57	20,26	7,89	18974	60,33	0,9938	1765,7	1,960
115-21	60,61	20,28	7,89	18981	60,34	1,0192	1780,8	1,957
115-22	60,59	20,26	7,89	18993	60,34	1,0798	1745,0	1,961
115-23	60,58	20,26	7,89	19006	60,33	1,2024	1704,2	1,963
115-24	60,59	20,27	7,89	18950	60,35	1,1033	1791,9	1,956
115-25	60,59	20,26	7,88	18961	60,35	1,1251	1709,8	1,960
115-26	60,59	20,29	7,89	18993	60,35	0,8963	1740,9	1,958
115-27	60,60	20,27	7,86	18948	60,32	1,0783	1685,8	1,963
115-28	60,59	20,27	7,88	18934	60,35	1,1642	1694,3	1,956
115-29	60,61	20,29	7,90	18976	60,33	1,1437	1682,2	1,953
115-30	60,59	20,33	7,91	19004	60,34	0,9157	1652,9	1,950
115-31	60,57	20,27	7,91	18971	60,34	1,0131	1659,5	1,953
115-32	60,59	20,29	7,91	19010	60,34	0,9020	1810,3	1,955
115-33	60,61	20,27	7,91	18983	60,34	0,8739	1761,9	1,953
115-34	60,61	20,31	7,88	18963	60,35	0,9057	1759,8	1,955
115-35	60,63	20,28	7,92	19020	60,35	0,9176	1770,5	1,953
115-36	60,58	20,27	7,90	18994	60,34	0,8977	1748,1	1,958
115-37	60,60	20,27	7,90	18977	60,33	1,0131	1777,5	1,956
115-38	60,61	20,27	7,93	19009	60,33	0,9038	1771,5	1,951
115-39	60,60	20,28	7,93	18987	60,35	0,9348	1771,0	1,948
115-40	60,60	20,26	7,94	18992	60,35	1,0361	1777,5	1,948
115-41	60,58	20,29	7,94	18985	60,35	1,0949	1776,5	1,945
115-42	60,62	20,30	7,91	18995	60,36	1,2489	1786,2	1,951
115-43	60,58	20,30	7,94	18963	60,33	0,9973	1757,4	1,942
115-44	60,59	20,26	7,94	18987	60,34	0,8864	1797,5	1,948
115-45	60,58	20,26	7,90	18988	60,36	1,0528	1789,5	1,958
115-46	60,59	20,26	7,90	18983	60,37	1,2894	1745,3	1,957
115-47	60,57	20,26	7,90	18955	60,37	0,8184	1817,8	1,955
115-48	60,59	20,27	7,90	18975	60,33	0,9176	1802,8	1,956



TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
115-49	60,57	20,26	7,89	18951	60,34	1,2590	1779,4	1,957
115-50	60,60	20,27	7,93	18989	60,33	0,7763	1807,2	1,949
120-01	60,60	20,28	7,94	18918	60,38	0,8745	2051,7	1,939
120-02	60,57	20,26	8,00	18974	60,34	0,8801	2069,2	1,933
120-03	60,55	20,27	7,97	18994	60,34	1,1549	2120,3	1,942
120-04	60,57	20,27	7,99	19020	60,35	0,9215	2061,9	1,939
120-05	60,63	20,30	8,01	18942	60,34	1,4927	2091,7	1,921
120-06	60,60	20,27	8,01	18946	60,34	0,9776	2060,5	1,926
120-07	60,61	20,30	8,01	18966	60,35	0,8168	2067,2	1,924
120-08	60,58	20,27	7,97	18976	60,37	0,9995	1955,4	1,939
120-09	60,55	20,28	8,02	18986	60,37	1,0447	2076,3	1,928
120-10	60,57	20,25	7,97	18983	60,34	0,9646	2074,6	1,942
120-11	60,58	20,27	8,03	18912	60,33	1,1628	2118,9	1,918
120-12	60,55	20,27	7,94	18957	60,34	1,2150	2046,9	1,945
120-13	60,58	20,27	7,96	18956	60,34	1,1427	2098,2	1,939
120-14	60,55	20,25	7,95	18986	60,34	0,8907	2060,5	1,948
120-15	60,60	20,27	8,03	18979	60,35	0,9300	2054,7	1,924
120-16	60,55	20,27	7,95	19013	60,34	0,8781	2075,8	1,949
120-17	60,60	20,28	7,97	18951	60,36	0,8650	2095,0	1,935
120-18	60,55	20,28	7,97	18971	60,33	0,6598	2034,3	1,938
120-19	60,60	20,29	7,93	18839	60,37	0,6272	2036,8	1,932
120-20	60,57	20,29	8,01	18977	60,36	0,8570	1989,1	1,928
120-21	60,60	20,27	7,95	18959	60,35	0,7350	1950,5	1,941
120-22	60,59	20,30	7,96	18960	60,35	0,8657	2039,9	1,937
120-23	60,61	20,33	7,93	18899	60,37	0,7233	1965,4	1,934
120-24	60,57	20,33	7,97	18951	60,37	0,7199	2049,9	1,931
120-25	60,60	20,33	7,94	18970	60,34	0,9431	2027,3	1,939
120-26	60,60	20,30	7,97	18946	60,36	0,9349	2066,9	1,932
120-27	60,61	20,35	7,95	18944	60,40	0,9332	2106,6	1,932
120-28	60,58	20,28	7,89	18950	60,38	0,6021	2028,6	1,955
120-29	60,57	20,30	7,87	18943	60,39	1,1216	1920,8	1,958
120-30	60,62	20,31	7,88	18883	60,37	1,2245	1988,1	1,946
120-31	60,60	20,27	7,88	18969	60,39	0,7694	2026,8	1,960
120-32	60,60	20,27	7,88	18980	60,38	0,9131	2035,2	1,961
120-33	60,63	20,26	7,89	18949	60,36	1,0239	2059,1	1,955
120-34	60,60	20,29	7,87	18959	60,38	0,9465	2009,8	1,959
120-35	60,57	20,28	7,91	18993	60,37	0,9832	2010,1	1,955
120-36	60,61	20,32	7,95	18954	60,37	0,5367	2030,5	1,936
120-37	60,63	20,25	7,91	18937	60,36	0,6711	2006,6	1,950
120-38	60,58	20,27	7,94	18971	60,37	0,7119	2030,4	1,946
120-39	60,62	20,30	7,96	18947	60,37	0,6983	1974,9	1,934
120-40	60,64	20,32	7,95	18927	60,35	0,8339	2036,2	1,932
120-41	60,57	20,27	7,12	16996	60,35	0,8374	2010,3	1,944
120-42	60,57	20,32	7,54	17990	60,37	0,8789	2045,1	1,939
120-43	60,59	20,33	8,35	19942	60,35	0,7513	2050,6	1,939
120-44	60,61	20,29	8,79	20886	60,36	0,7692	2014,5	1,932
120-45	60,55	20,28	9,26	21836	60,35	0,5084	2039,6	1,920
120-46	60,55	20,30	9,60	22710	60,37	0,8844	2015,9	1,925
120-47	60,58	20,30	10,07	23700	60,35	0,5787	2041,1	1,914
120-48	60,56	20,32	10,42	24667	60,39	0,8576	1873,0	1,924

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
120-49	60,58	20,28	10,89	25475	60,36	0,5839	2037,1	1,904
120-50	60,55	20,29	11,19	26542	60,36	0,6672	2016,8	1,931
120-51	60,57	20,31	11,70	27390	60,36	0,7432	2040,8	1,903
120-52	60,58	20,32	11,95	28470	60,33	0,5480	2012,5	1,935
125-01	60,28	20,15	7,89	18964	60,33	0,5903	2697,0	1,979
125-02	60,28	20,16	7,98	19027	60,36	0,7764	2615,7	1,962
125-03	60,25	20,14	7,93	18998	60,38	0,6651	2693,8	1,974
125-04	60,28	20,16	7,91	18912	60,39	0,6417	2589,0	1,967
125-05	60,25	20,14	7,92	18990	60,37	0,7644	2720,5	1,976
125-06	60,27	20,18	7,94	18975	60,38	0,7570	2696,8	1,965
125-07	60,28	20,14	7,92	18966	60,38	1,0659	2750,0	1,973
125-08	60,28	20,18	7,91	18930	60,35	0,6231	2626,5	1,967
125-09	60,25	20,14	7,92	18950	60,39	0,8568	2672,5	1,972
125-10	60,26	20,16	7,91	18953	60,39	0,6254	2690,9	1,972
125-11	60,27	20,17	7,98	19024	60,36	0,8049	2656,9	1,961
125-12	60,27	20,15	7,92	18963	60,36	0,6016	2669,6	1,972
125-13	60,25	20,17	7,90	18937	60,38	0,6371	2650,4	1,973
125-14	60,27	20,18	7,92	18950	60,36	0,8983	2664,5	1,967
125-15	60,25	20,14	7,94	18958	60,36	0,6674	2632,2	1,968
125-16	60,30	20,18	7,93	18907	60,38	0,6372	2662,7	1,959
125-17	60,28	20,17	7,91	18976	60,37	0,7690	2674,1	1,973
125-18	60,31	20,17	7,93	18962	60,39	0,6825	2461,9	1,966
125-19	60,28	20,18	7,94	19023	60,38	0,8678	2581,7	1,970
125-20	60,30	20,16	7,90	18927	60,39	0,6666	2620,5	1,971
125-21	60,26	20,19	7,94	18983	60,38	0,5850	2641,5	1,965
125-22	60,33	20,17	7,90	18976	60,38	0,5897	2643,3	1,974
125-23	60,30	20,12	7,90	19007	60,37	0,6363	2646,3	1,983
125-24	60,29	20,12	7,91	18963	60,37	0,5893	2636,4	1,976
125-25	60,29	20,13	7,93	19038	60,35	0,5362	2614,5	1,978
125-26	60,27	20,16	7,91	19015	60,36	0,5763	2649,4	1,978
125-27	60,29	20,14	7,93	18941	60,34	0,7933	2664,5	1,967
125-28	60,28	20,12	7,93	18993	60,36	0,8236	2744,6	1,975
125-29	60,26	20,13	7,94	19001	60,39	0,8404	2680,7	1,973
125-30	60,28	20,18	7,91	18988	60,37	0,5301	2569,2	1,973
125-31	60,30	20,18	7,91	18960	60,34	0,5384	2508,3	1,970
125-32	60,29	20,19	7,90	18992	60,36	0,5428	2617,1	1,975
125-33	60,25	20,16	7,91	18937	60,37	0,5470	2628,9	1,971
125-34	60,30	20,17	7,92	18985	60,37	0,6537	2550,0	1,971
125-35	60,29	20,14	7,92	18975	60,36	0,5795	2608,7	1,973
125-36	60,30	20,14	7,93	18983	60,34	0,4850	2612,1	1,971
125-37	60,27	20,12	7,91	18983	60,32	0,4508	2596,2	1,979
125-38	60,32	20,19	7,92	19004	60,34	0,6402	2558,3	1,970
125-39	60,31	20,18	7,89	18942	60,34	1,0011	2518,2	1,973
125-40	60,26	20,20	7,91	19013	60,35	0,4824	2597,4	1,975
125-41	60,30	20,17	7,94	18937	60,35	0,5768	2602,5	1,961
125-42	60,25	20,16	7,86	18826	60,35	0,5800	2658,2	1,972
125-43	60,27	20,17	7,86	18912	60,37	0,5639	2645,6	1,979
125-44	60,26	20,20	7,92	19044	60,35	0,4873	2633,2	1,975
125-45	60,34	20,18	7,92	18987	60,34	0,5265	2462,2	1,969
125-46	60,31	20,16	7,91	18966	60,35	0,5786	2485,0	1,972

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
125-47	60,36	20,13	7,89	18950	60,34	0,5517	2641,5	1,977
125-48	60,29	20,14	7,90	18962	60,34	0,7559	2646,0	1,977
125-49	60,29	20,15	7,90	18940	60,34	0,5473	2555,6	1,973
125-50	60,30	20,16	7,93	18963	60,36	0,5836	2551,4	1,967
130-01	58,30	19,55	7,73	18801	60,38	0,3914	4438,1	2,134
130-02	58,02	19,36	7,75	18825	60,38	0,2643	4603,0	2,162
130-03	58,16	19,41	7,79	18792	60,38	0,2271	4507,0	2,137
130-04	58,29	19,46	7,75	18790	60,38	0,6898	4523,8	2,137
130-05	58,02	19,40	7,75	18846	60,38	0,4587	4716,8	2,160
130-06	58,18	19,42	7,78	18830	60,38	0,4163	4764,7	2,142
130-07	58,31	19,47	7,71	18802	60,38	0,2479	4383,2	2,148
130-08	58,00	19,40	7,71	18778	60,38	0,7581	4909,3	2,165
130-09	58,16	19,43	7,73	18822	60,38	0,3175	4483,9	2,155
130-10	58,22	19,49	7,74	18805	60,38	0,4633	4577,6	2,141
130-11	58,00	19,34	7,73	18844	60,38	0,3868	4688,5	2,173
130-12	58,10	19,41	7,78	18815	60,38	0,2338	4448,4	2,144
130-13	58,00	19,39	7,71	18818	60,38	0,6238	4699,1	2,170
130-14	58,14	19,39	7,77	18793	60,38	0,4177	4549,3	2,145
130-15	58,16	19,42	7,73	18787	60,38	0,4462	4551,6	2,152
130-16	58,06	19,40	7,71	18838	60,38	0,4238	4715,0	2,169
130-17	58,19	19,39	7,75	18690	60,38	0,4036	4579,5	2,137
130-18	58,50	19,57	7,71	18842	60,38	0,2822	4175,7	2,135
130-19	58,68	19,68	7,78	18818	60,38	0,6338	3999,0	2,094
130-20	58,94	19,72	7,80	18826	60,38	0,7017	3876,2	2,077
130-21	58,24	19,83	7,90	18821	60,38	1,4159	3459,6	2,063
130-22	58,20	19,51	7,78	18818	60,38	0,4742	4562,6	2,130
130-23	58,70	19,67	7,83	18815	60,38	0,9250	4177,9	2,081
130-24	58,41	19,56	7,81	18818	60,38	0,4885	4425,8	2,109
130-25	58,54	19,59	7,79	18765	60,38	0,8457	4194,5	2,101
130-26	58,15	19,39	7,69	18759	60,38	0,7029	4379,4	2,163
130-27	58,33	19,56	7,77	18763	60,38	0,6203	4468,7	2,117
130-28	58,59	19,55	7,79	18771	60,38	0,7406	4215,1	2,104
130-29	58,24	19,45	7,70	18773	60,38	0,4352	4425,6	2,152
130-30	58,15	19,40	7,80	18789	60,38	0,5516	4492,6	2,135
130-31	57,92	19,39	7,72	18787	60,38	0,6618	4795,0	2,167
130-32	58,08	19,39	7,73	18761	60,38	0,7893	4554,3	2,155
130-33	58,18	19,51	7,72	18788	60,38	0,4037	4477,5	2,144
130-34	58,06	19,38	7,75	18718	60,38	0,5364	4688,2	2,146
130-35	58,19	19,41	7,74	18753	60,38	0,4502	4527,7	2,145
130-36	58,34	19,48	7,75	18737	60,38	0,3103	4318,3	2,127
130-37	58,22	19,46	7,74	18714	60,38	0,7150	4088,5	2,134
130-38	58,30	19,49	7,78	18767	60,38	0,4422	4307,7	2,123
130-39	58,14	19,42	7,74	18753	60,38	0,3343	4434,8	2,146
130-40	58,36	19,47	7,75	18773	60,38	0,3190	4330,1	2,132
130-41	58,08	19,43	7,74	18772	60,38	0,5421	4569,4	2,149
130-42	58,28	19,44	7,75	18761	60,38	0,4269	4373,4	2,137
130-43	58,52	19,52	7,77	18754	60,38	0,6256	3895,9	2,113
130-44	58,27	19,43	7,77	18798	60,38	0,6440	4697,4	2,137
130-45	58,05	19,39	7,75	18753	60,38	0,4180	4533,8	2,150
130-46	58,42	19,50	7,71	18552	60,38	0,3739	4190,1	2,112

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
130-47	58,59	19,57	7,77	18754	60,38	0,5910	4197,5	2,105
130-48	58,54	19,56	7,73	18706	60,38	0,2988	4213,8	2,113
130-49	58,42	19,55	7,75	18763	60,38	0,2450	4249,6	2,120
130-50	58,41	19,48	7,74	18750	60,38	0,3560	4428,5	2,129
130-51	58,43	19,52	7,76	18743	60,38	0,3546	4212,3	2,118
130-52	58,64	19,58	7,75	18740	60,38	0,6422	4098,4	2,106
130-53	58,49	19,52	7,76	18780	60,38	0,3729	4200,2	2,120
130-54	58,48	19,52	7,78	18804	60,38	0,3490	4115,3	2,117
130-55	58,41	19,55	7,78	18769	60,38	0,4217	4219,3	2,113
130-56	58,51	19,56	7,79	18782	60,38	0,4415	4262,1	2,107
130-57	58,21	19,72	7,79	18726	60,38	0,9847	3580,4	2,094
140-01	52,75	17,77	6,95	18947	60,38	0,1110	7834,5	2,908
140-02	52,49	17,63	6,92	18948	60,40	0,1425	8089,4	2,959
140-03	52,21	17,48	6,85	18947	60,40	0,1170	8036,7	3,031
140-04	52,28	17,54	6,90	18969	60,43	0,1275	8209,7	2,998
140-05	52,22	17,56	6,86	18928	60,42	0,1147	8155,3	3,009
140-07	52,34	17,57	6,87	18935	60,41	0,1708	8296,0	2,997
140-08	51,85	17,51	6,88	18931	60,41	0,1197	8380,6	3,031
140-09	51,99	17,50	6,89	18954	60,40	0,1457	8302,2	3,024
140-10	52,71	17,67	6,99	18966	60,41	0,1782	7897,0	2,913
140-11	52,23	17,60	6,88	18933	60,40	0,1280	8080,6	2,994
140-12	52,36	17,53	6,90	18975	60,47	0,1452	7986,7	2,996
140-13	52,28	17,52	6,87	18954	60,44	0,1429	8115,6	3,012
140-14	52,28	17,50	6,87	18948	60,44	0,1371	8138,7	3,015
140-15	52,25	17,51	6,86	18912	60,40	0,0973	8030,0	3,013
140-16	52,21	17,55	6,87	18914	60,40	0,0992	8073,2	3,005
140-17	51,89	17,45	6,84	18882	60,40	0,1117	8320,0	3,049
140-18	52,08	17,47	6,86	18852	60,40	0,1291	8261,2	3,020
140-20	52,27	17,52	6,85	18777	60,42	0,1066	8107,2	2,993
140-21	52,00	17,48	6,86	18903	60,42	0,0841	8163,9	3,032
140-22	52,28	17,52	6,84	18896	60,40	0,1218	8046,9	3,016
140-23	51,88	17,40	6,83	18896	60,41	0,1053	8208,7	3,065
140-24	51,92	17,50	6,87	18895	60,40	0,1824	8341,4	3,027
140-25	51,91	17,40	6,81	18900	60,39	0,0977	8257,4	3,073
140-26	52,28	17,51	6,85	18871	60,40	0,1105	8077,0	3,009
140-27	52,31	17,52	6,85	18882	60,42	0,1066	8097,9	3,008
140-28	52,32	17,53	6,89	18898	60,41	0,1456	8071,7	2,991
140-29	52,22	17,51	6,85	18892	60,42	0,1865	8236,9	3,016
140-30	52,40	17,51	6,85	18896	60,41	0,1452	7986,7	3,007
145-01	49,97	16,70	6,67	18452	60,42	0,1382	9261,6	3,315
145-02	49,96	16,68	6,61	18393	60,41	0,1211	9163,2	3,339
145-03	50,00	16,68	6,62	18529	60,39	0,1281	9145,1	3,356
145-04	49,97	16,70	6,61	18402	60,38	0,1158	9258,7	3,336
145-05	50,01	16,71	6,61	18512	60,42	0,1131	9097,6	3,351
145-06	50,01	16,69	6,61	18544	60,40	0,1328	9153,2	3,361
145-07	50,20	16,70	6,60	18502	60,41	0,1388	9297,7	3,344
145-08	50,01	16,70	6,61	18545	60,39	0,1345	9174,7	3,359
145-09	49,98	16,71	6,61	18479	60,37	0,1163	9132,4	3,347
145-10	49,98	16,68	6,59	18402	60,38	0,1278	9089,1	3,350

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
145-11	50,02	16,70	6,61	18455	60,38	0,1111	9197,8	3,342
145-12	50,02	16,71	6,61	18518	60,39	0,1239	9170,8	3,352
145-13	50,08	16,71	6,60	18516	60,37	0,1233	9160,0	3,352
145-14	50,00	16,70	6,60	18420	60,38	0,1298	9200,5	3,342
145-15	50,09	16,70	6,60	18526	60,37	0,1326	9206,0	3,356
145-16	50,10	16,73	6,60	18500	60,35	0,1020	9166,9	3,344
145-17	50,01	16,70	6,63	18492	60,41	0,1065	9166,6	3,340
145-18	50,00	16,66	6,63	18436	60,41	0,1308	9203,8	3,338
145-19	50,12	16,75	6,60	18500	60,38	0,1253	9228,8	3,339
145-20	49,97	16,70	6,63	18434	60,41	0,1132	9121,6	3,332
145-21	50,21	16,77	6,60	18529	60,34	0,1183	9140,7	3,334
145-22	50,02	16,70	6,63	18553	60,40	0,1090	9220,6	3,350
145-23	49,97	16,70	6,70	18488	60,41	0,1527	9347,5	3,307
145-24	50,01	16,67	6,66	18505	60,39	0,1049	9142,1	3,333
145-25	49,99	16,70	6,62	18475	60,40	0,1354	9180,7	3,343
145-26	50,30	16,74	6,61	18497	60,38	0,1077	9226,6	3,323
145-27	50,12	16,77	6,62	18055	60,36	0,1201	9176,8	3,245
145-28	49,94	16,72	6,62	18356	60,37	0,1098	9197,3	3,321
145-29	49,98	16,69	6,65	18433	60,40	0,1122	9274,9	3,323
145-30	49,92	16,68	6,65	18500	60,39	0,1279	9111,9	3,341
150-01	50,01	16,78	6,52	18960	60,38	0,0730	9482,5	3,465
150-02	50,13	16,70	6,49	18920	60,36	0,0760	9436,6	3,482
150-03	49,94	16,71	6,49	18940	60,37	0,0809	9595,4	3,497
150-04	50,06	16,74	6,51	18925	60,38	0,0751	9539,5	3,469
150-05	50,06	16,72	6,51	18972	60,37	0,0785	9379,6	3,482
150-06	49,99	16,72	6,53	19060	60,37	0,0865	9572,8	3,492
150-07	50,10	16,72	6,53	18899	60,37	0,1035	9572,4	3,455
150-08	49,97	16,69	6,53	18935	60,38	0,0801	9783,3	3,477
150-09	50,04	16,71	6,51	18922	60,38	0,0704	9414,3	3,476
150-10	49,91	16,74	6,44	18772	60,39	0,0819	9612,8	3,489
150-11	50,02	16,68	6,46	18864	60,37	0,1007	9568,4	3,500
150-12	50,03	16,70	6,48	18930	60,37	0,0727	9494,3	3,496
150-13	50,14	16,74	6,49	18976	60,37	0,0992	9571,9	3,484
150-14	50,13	16,72	6,49	18921	60,36	0,0824	9420,3	3,478
150-15	50,06	16,71	6,53	19074	60,37	0,0836	9482,8	3,492
150-16	49,94	16,64	6,51	18977	60,36	0,0749	9623,0	3,508
150-17	50,16	16,69	6,54	18965	60,37	0,0836	9525,2	3,464
150-18	49,98	16,69	6,48	18895	60,36	0,0736	9610,2	3,496
150-19	49,91	16,69	6,52	19053	60,37	0,0847	9534,1	3,508
150-20	49,91	16,67	6,50	18927	60,36	0,0870	9678,3	3,500
150-21	50,07	16,70	6,54	19040	60,38	0,0795	9502,4	3,482
150-22	50,04	16,72	6,43	18663	60,38	0,0779	9424,7	3,469
150-23	50,00	16,70	6,49	18959	60,38	0,0771	9458,5	3,499
150-24	50,10	16,72	6,49	18929	60,37	0,0793	9390,8	3,482
150-25	49,96	16,69	6,51	19949	60,37	0,0654	9648,9	3,675
150-26	50,13	16,74	6,51	18963	60,38	0,0807	9538,0	3,471
150-27	49,97	16,69	6,50	18932	60,38	0,0821	9679,2	3,492
150-28	50,13	16,75	6,51	18980	60,40	0,0714	9626,8	3,472
150-29	50,02	16,71	6,50	18940	60,37	0,0729	9602,0	3,486

TABELA A.1 - Valores medidos para corpos-de-prova de prova deste trabalho (cont.).

<b>Código T-N°</b>	<b>L<sub>sint</sub> mm</b>	<b>B<sub>sint</sub> mm</b>	<b>W<sub>sint</sub> mm</b>	<b>M<sub>sint</sub> mg</b>	<b>L<sub>verde</sub> mm</b>	<b>α dB/mm</b>	<b>V<sub>L</sub> m/s</b>	<b>ρ g/cm<sup>3</sup></b>
160-01	49,37	16,54	6,58	18899	60,41	0,1017	9684,5	3,517
160-02	49,50	16,58	6,51	18930	60,41	0,0964	9798,3	3,543
160-03	49,37	16,51	6,54	18905	60,41	0,0807	9665,8	3,546
160-04	49,56	16,57	6,47	18869	60,39	0,1102	9840,2	3,551
160-05	49,44	16,48	6,52	18861	60,41	0,0968	9709,5	3,550
160-06	49,42	16,48	6,58	18920	60,43	0,0905	9658,1	3,530
160-07	49,52	16,52	6,48	18899	60,39	0,0841	9597,4	3,565
160-08	49,52	16,55	6,49	18937	60,36	0,0899	9546,7	3,560
160-09	49,53	16,56	6,51	18900	60,37	0,0845	9612,5	3,540
160-10	49,60	16,57	6,46	18865	60,36	0,0953	9718,7	3,553
160-11	49,56	16,58	6,46	18911	60,40	0,0654	9530,3	3,563
160-12	49,54	16,55	6,48	18939	60,38	0,0958	9577,0	3,565
160-13	49,57	16,54	6,48	18917	60,38	0,1022	9556,5	3,561
160-14	49,50	16,53	6,48	18933	60,37	0,0766	9755,8	3,571
160-15	49,50	16,56	6,49	18935	60,37	0,1064	9622,6	3,559
160-16	49,46	16,50	6,53	18916	60,39	0,0734	9558,0	3,550
160-17	49,42	16,57	6,50	18870	60,38	0,0707	9550,1	3,545
160-18	49,46	16,52	6,50	18916	60,38	0,1079	9558,7	3,562
160-19	49,49	16,52	6,52	18969	60,38	0,1180	9532,8	3,559
160-20	49,52	16,51	6,48	18923	60,38	0,0927	9637,7	3,572
160-21	49,52	16,51	6,48	18910	60,38	0,0918	9652,4	3,569
160-22	49,58	16,57	6,49	18896	60,37	0,0935	9831,7	3,544
160-23	49,49	16,55	6,47	18913	60,37	0,0878	9740,6	3,569
160-24	49,49	16,52	6,50	18926	60,42	0,1001	9639,3	3,561
160-25	49,52	16,51	6,48	18932	60,37	0,0881	9676,1	3,573
160-26	49,56	16,52	6,47	18904	60,37	0,0941	9700,2	3,569
160-27	49,53	16,52	6,48	18857	60,37	0,1065	9591,1	3,556
160-28	49,55	16,54	6,48	18923	60,38	0,0931	9548,4	3,563
160-29	49,49	16,52	6,51	18963	60,39	0,1013	9658,6	3,563
160-30	49,48	16,52	6,51	18899	60,40	0,0823	9568,0	3,552

## **ANEXO B**

Resultado dos ensaios de ultra-som

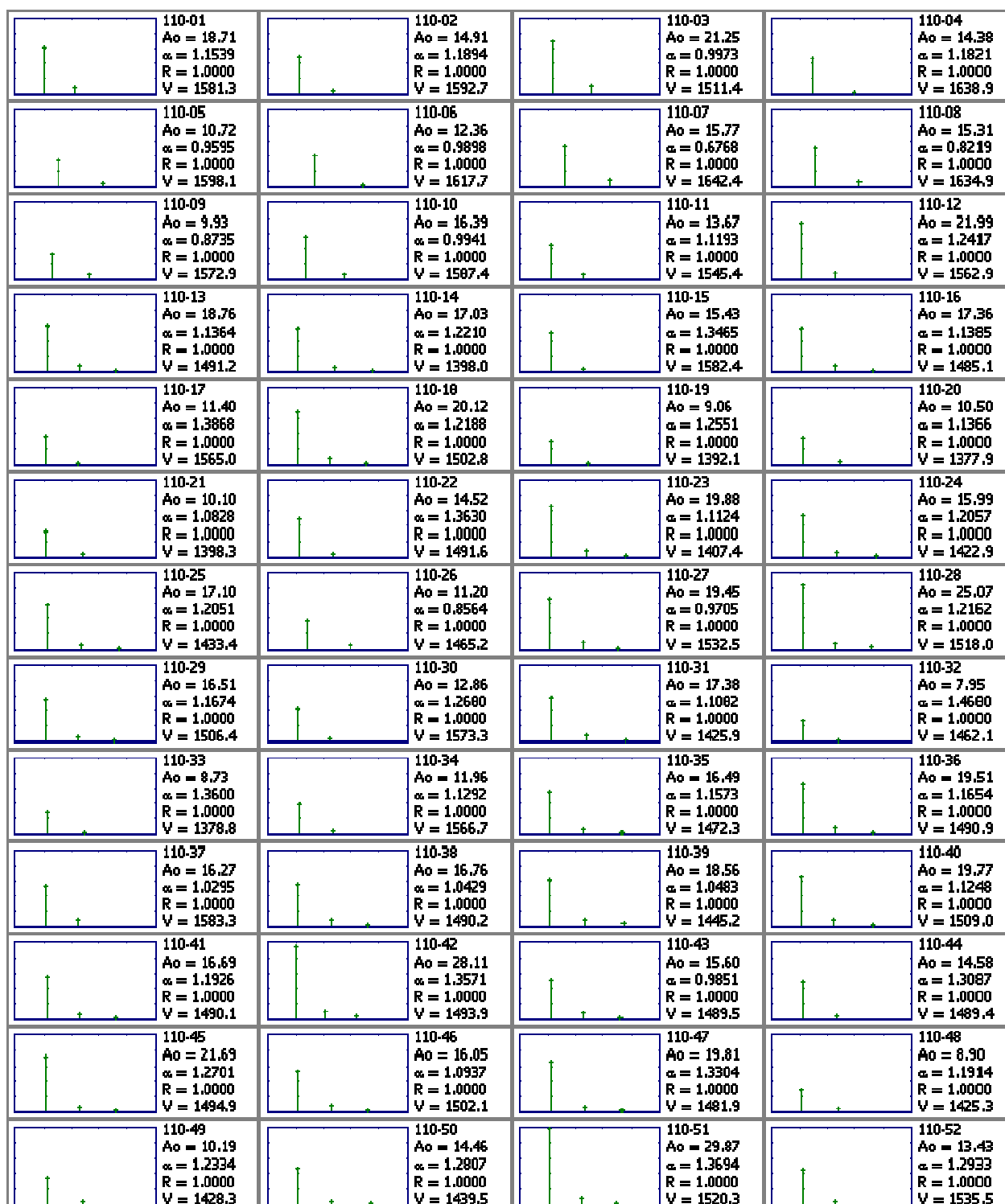


Figura B.1 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1100 °C.



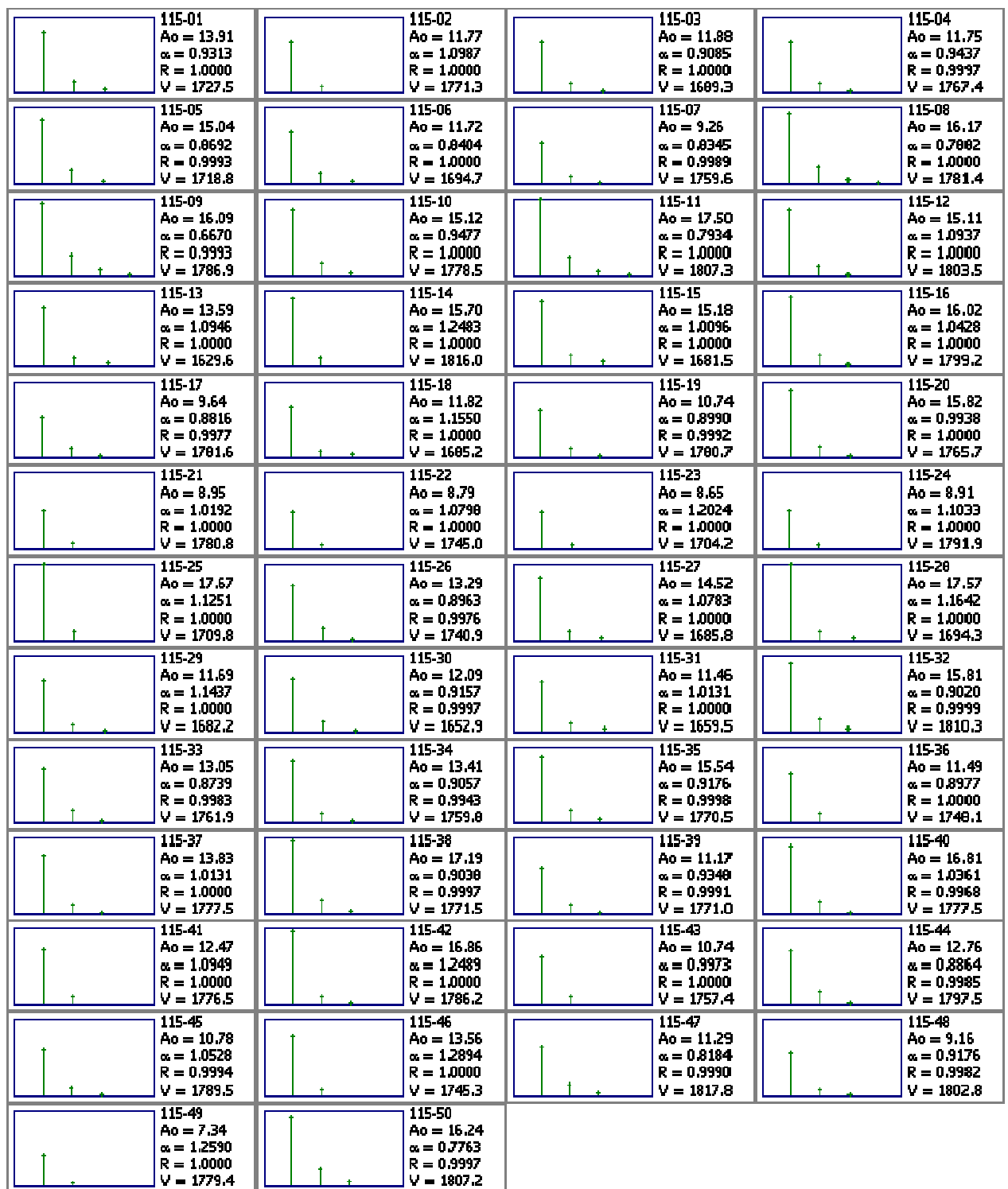


Figura B.2 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1150 °C.

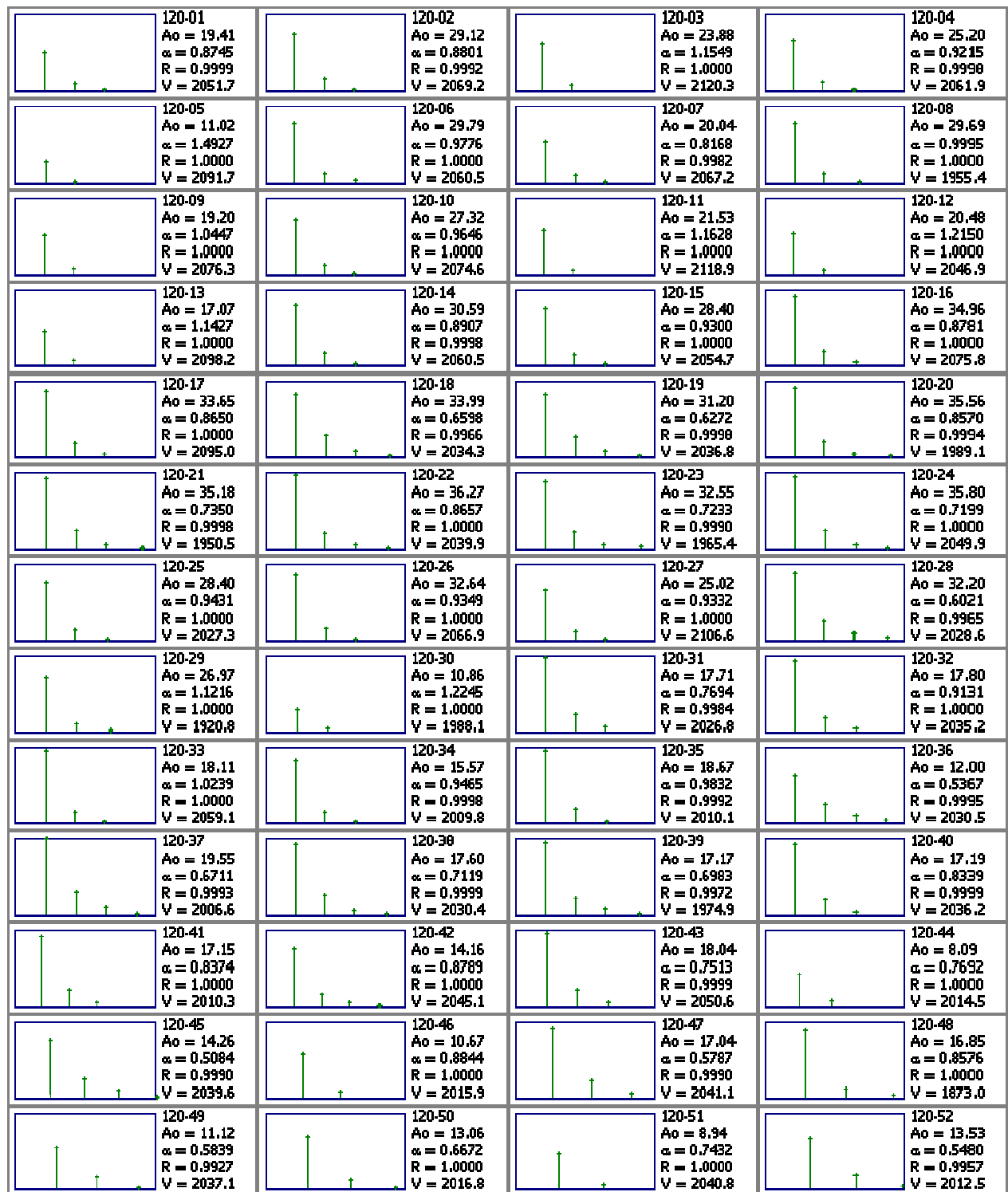


Figura B.3 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1200 °C.

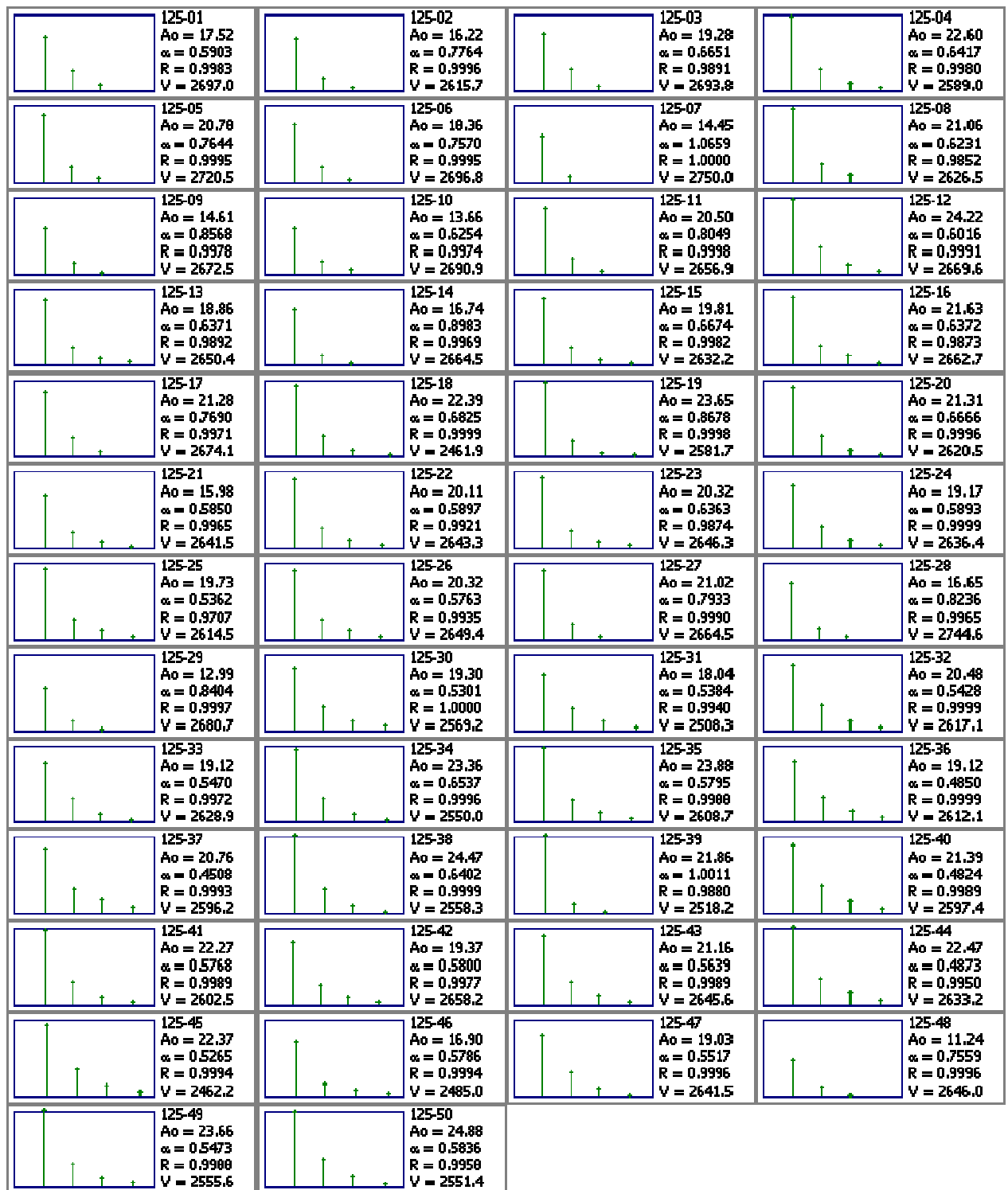


Figura B.4 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1250 °C.

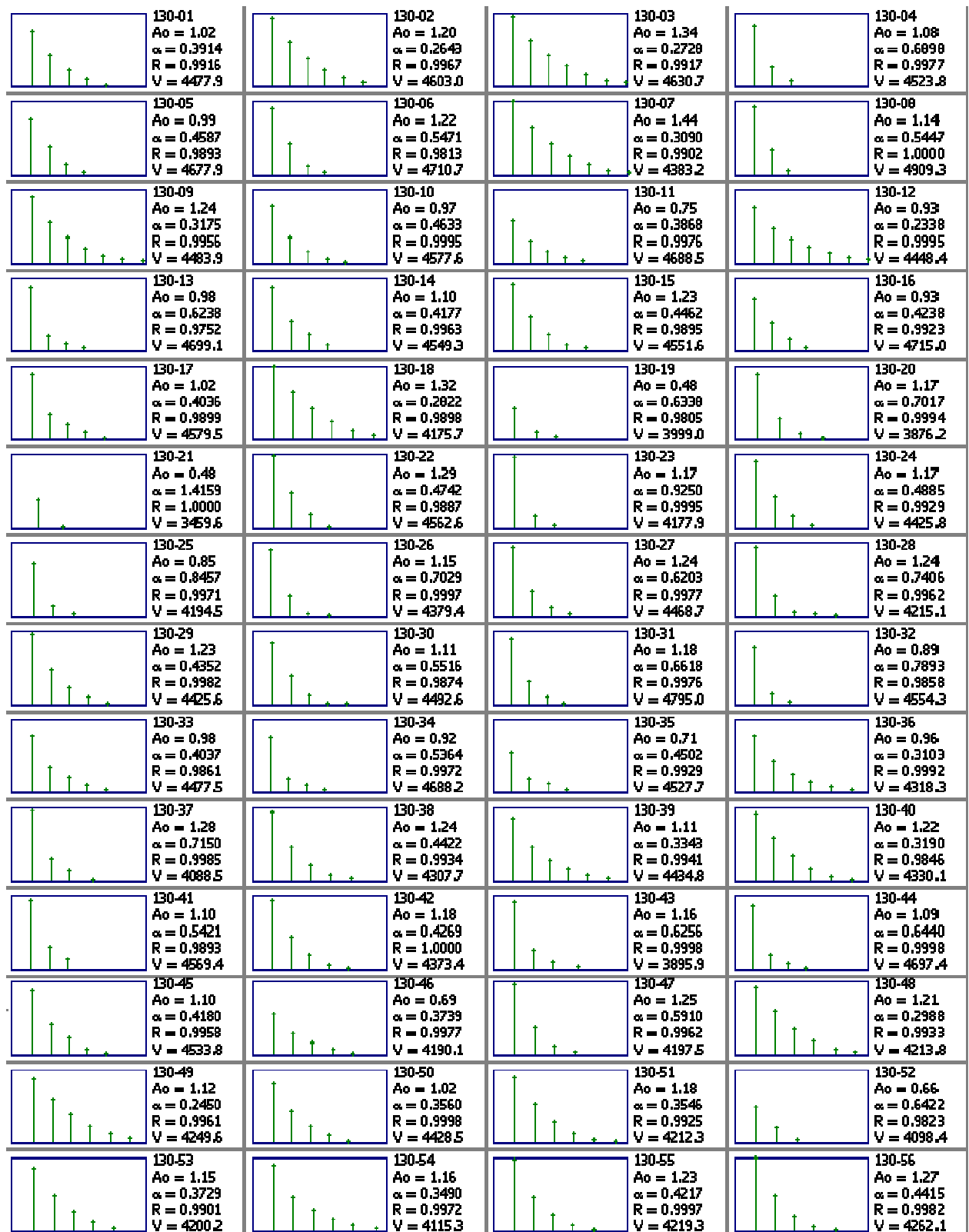


Figura B.5 - Ensaio de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1300 °C.

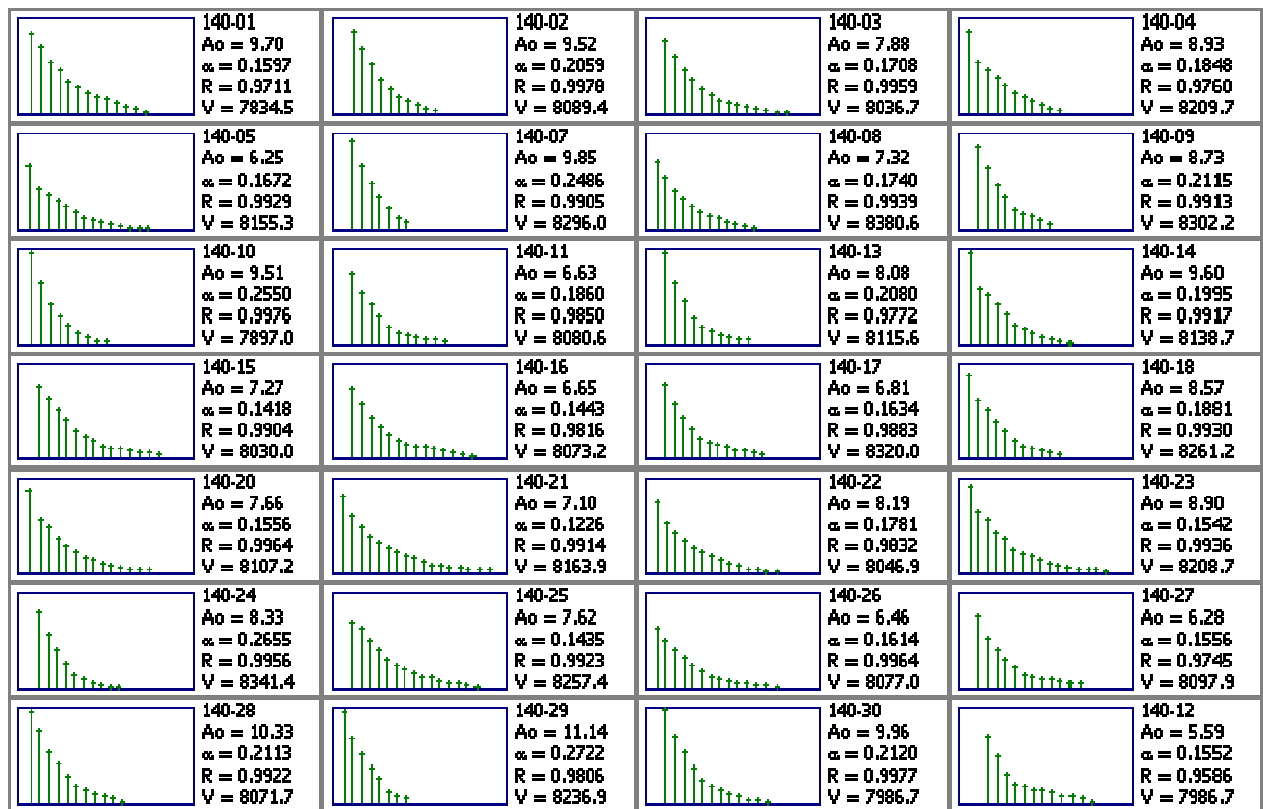


Figura B.6 - Ensaio de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1400 °C.

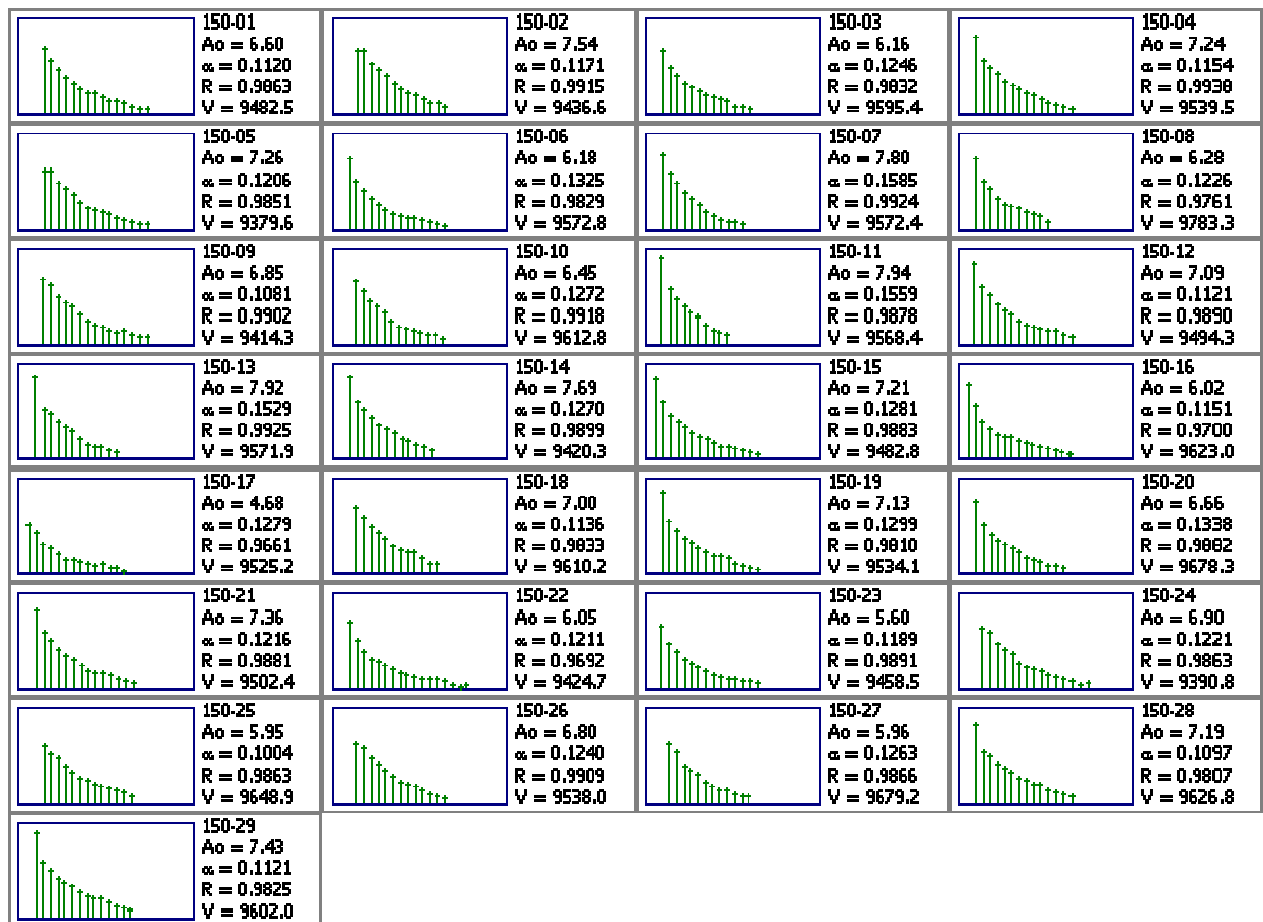


Figura B.7 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1500 °C.

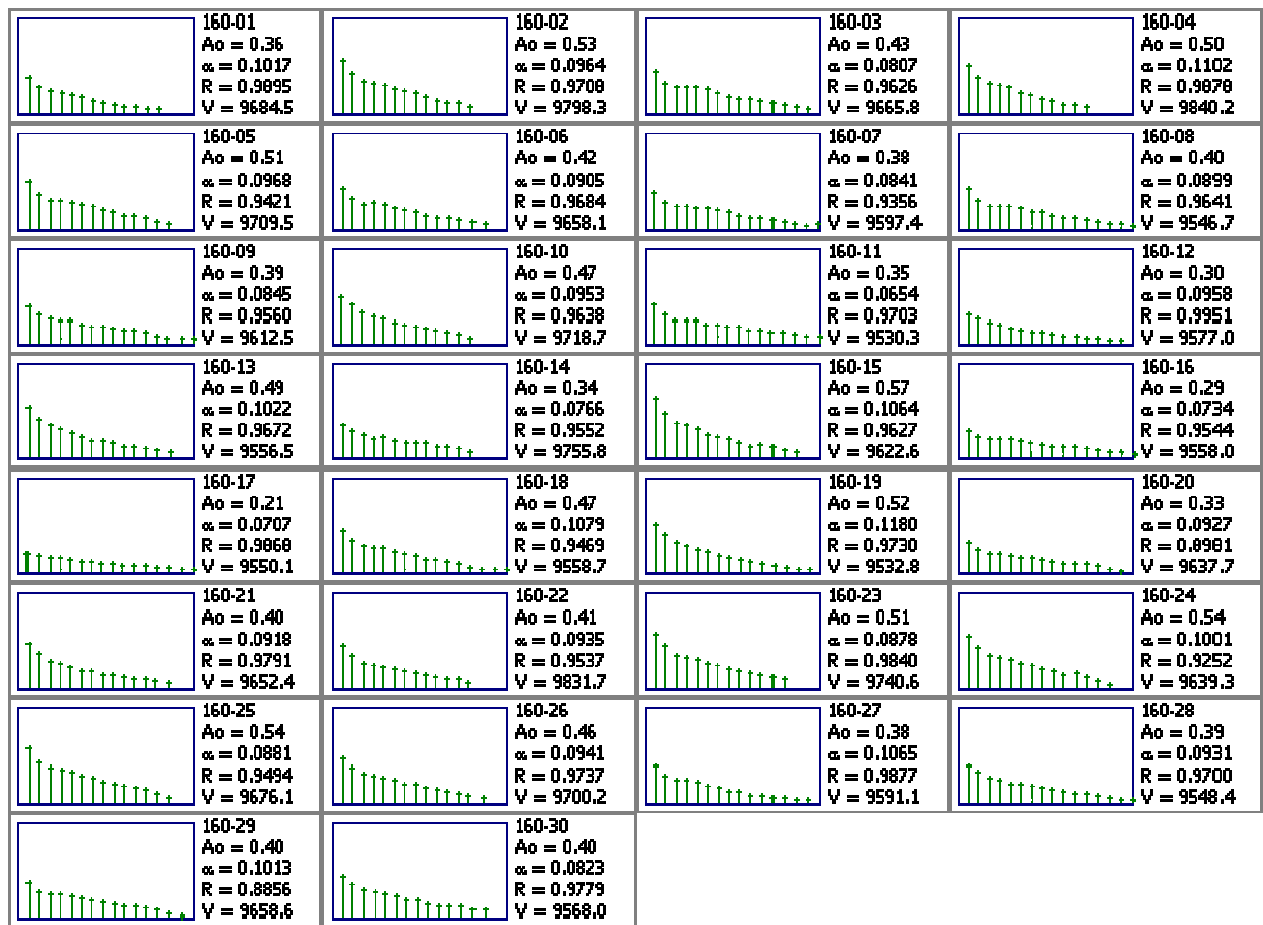


Figura B.8 - Ensaios de ultra-som para corpos-de-prova sinterizados a 1600 °C.

## **ANEXO C**

Distribuição de Weibull: Velocidade, Atenuação e Resistência Mecânica



## C.1 - Velocidade ultra-sônica

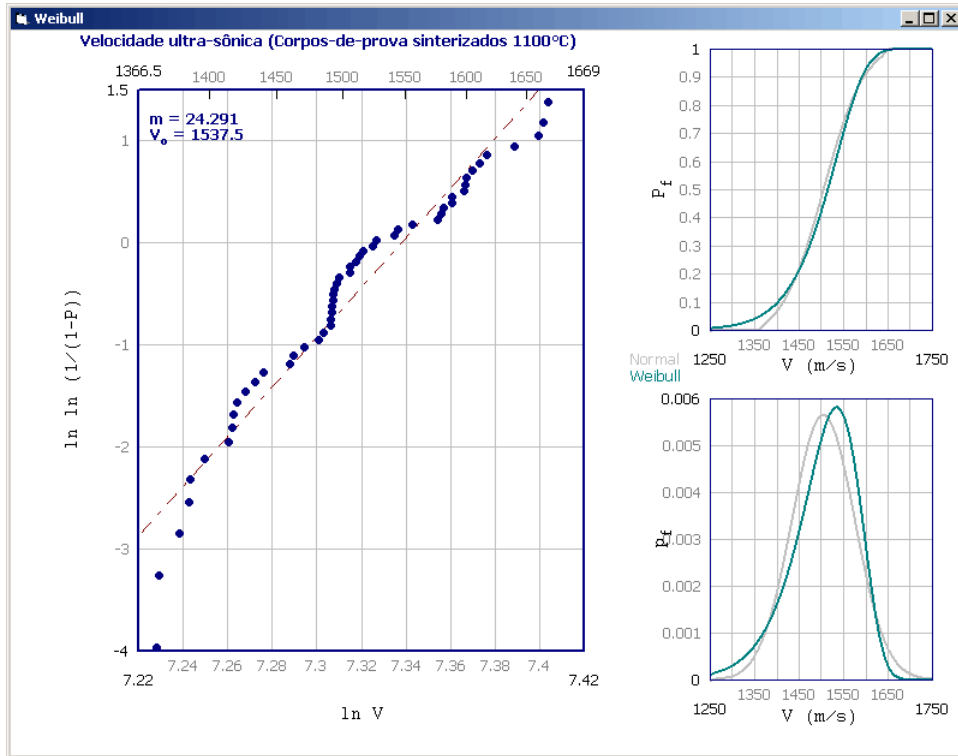


Figura C.1 - Distribuição de Weibull para velocidade (1100 °C).

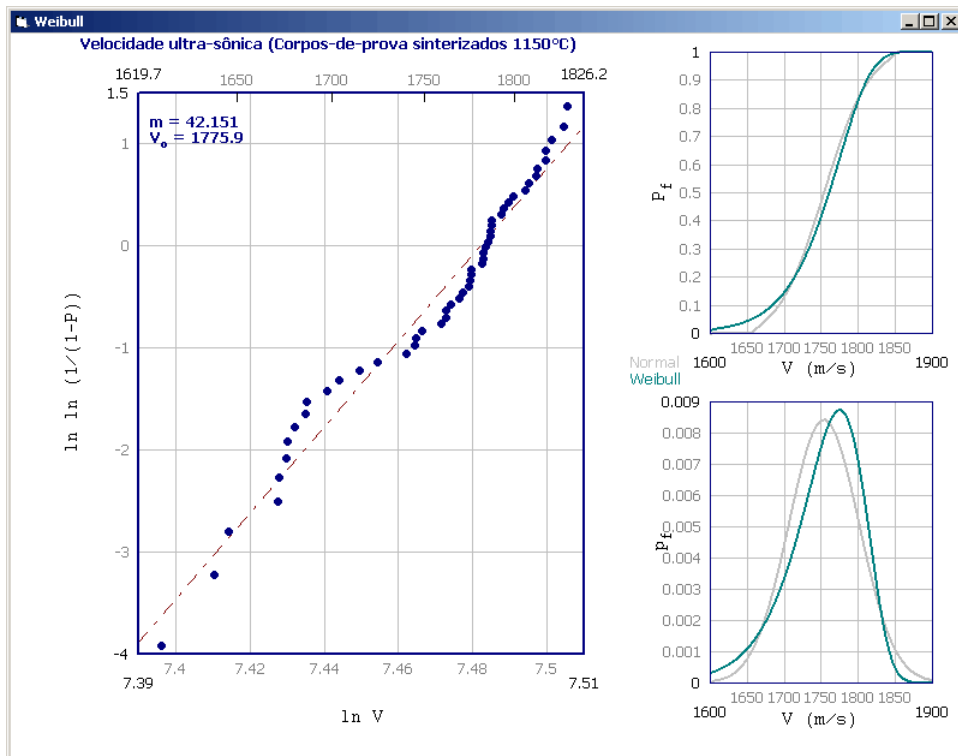


Figura C.2 - Distribuição de Weibull para velocidade (1150 °C).

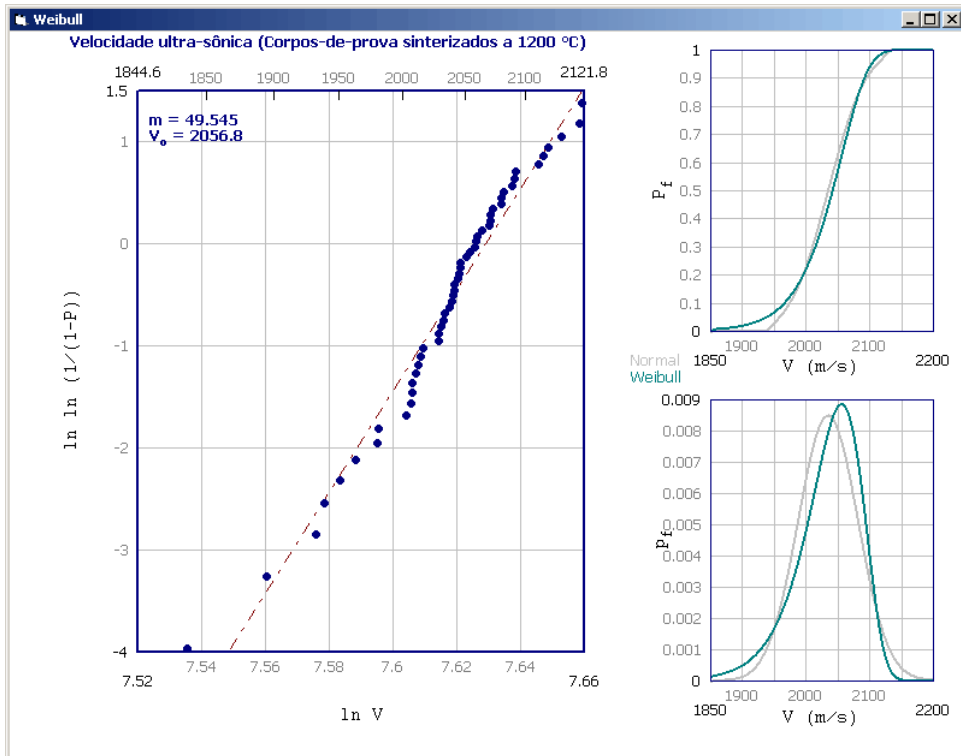


Figura C.3 - Distribuição de Weibull para velocidade (1200 °C).

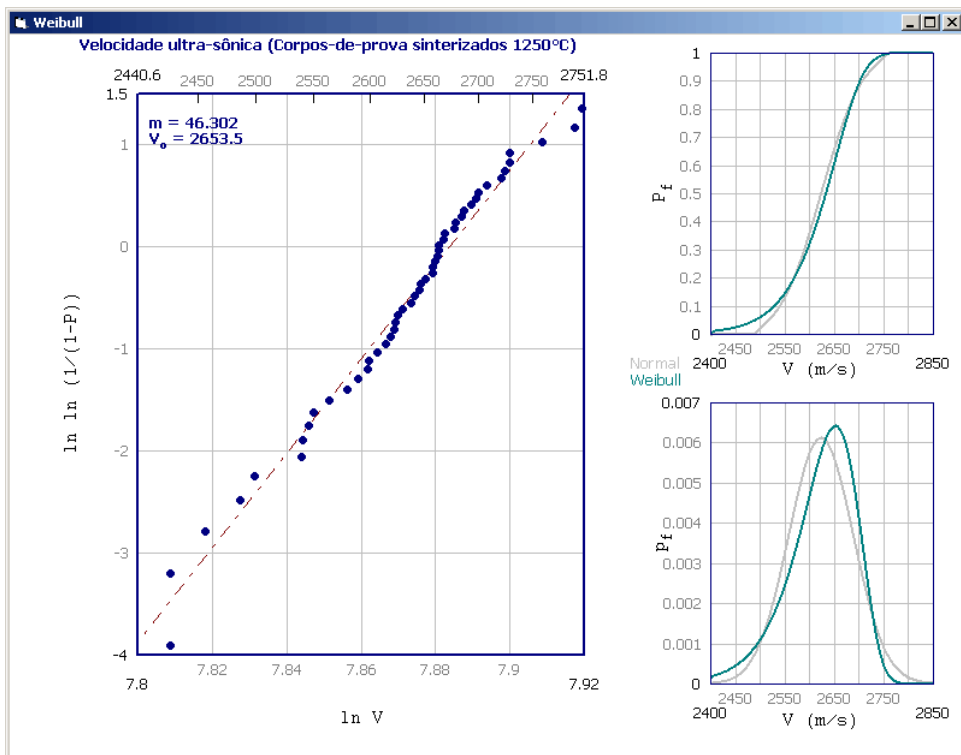


Figura C.4 - Distribuição de Weibull para velocidade (1250 °C).

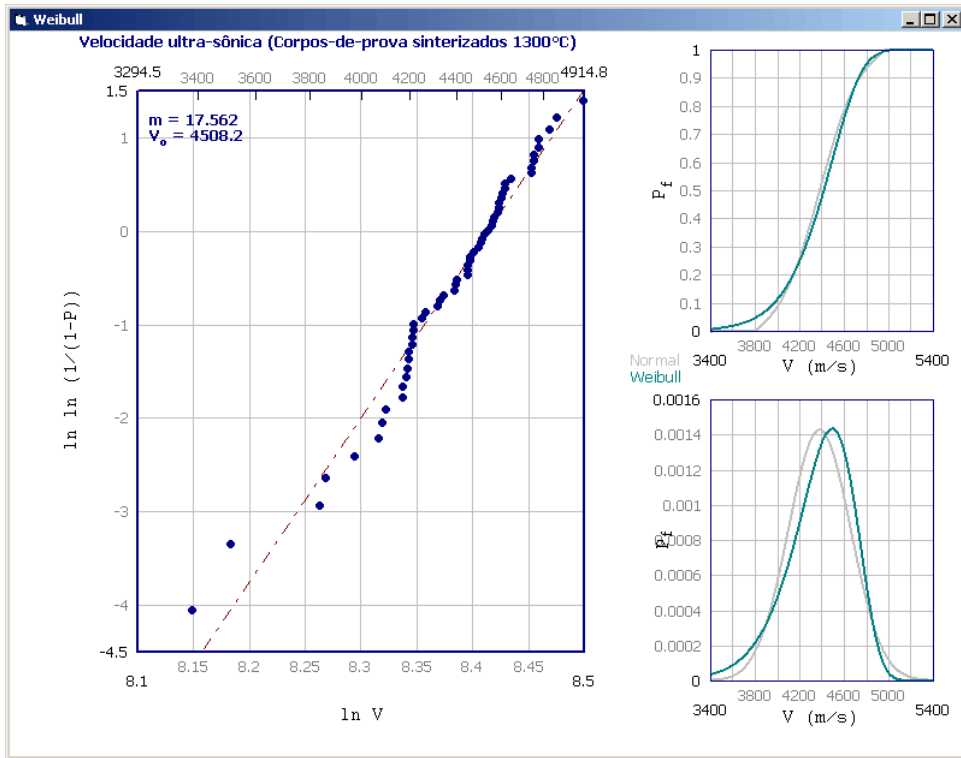


Figura C.5 - Distribuição de Weibull para velocidade (1300 °C).

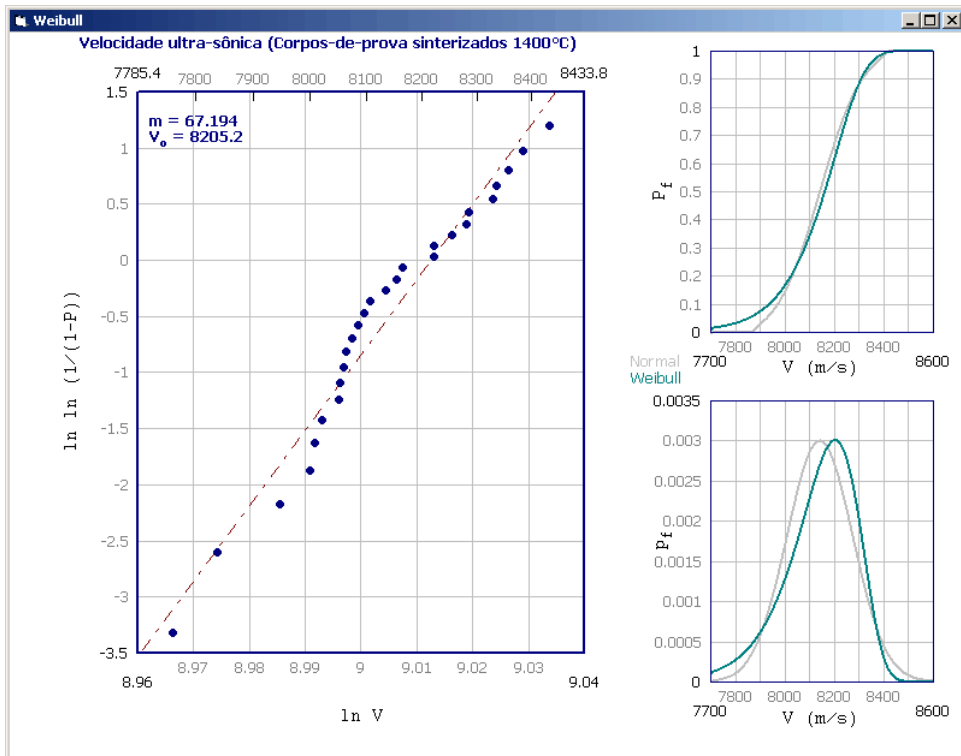


Figura C.6 - Distribuição de Weibull para velocidade (1400 °C).

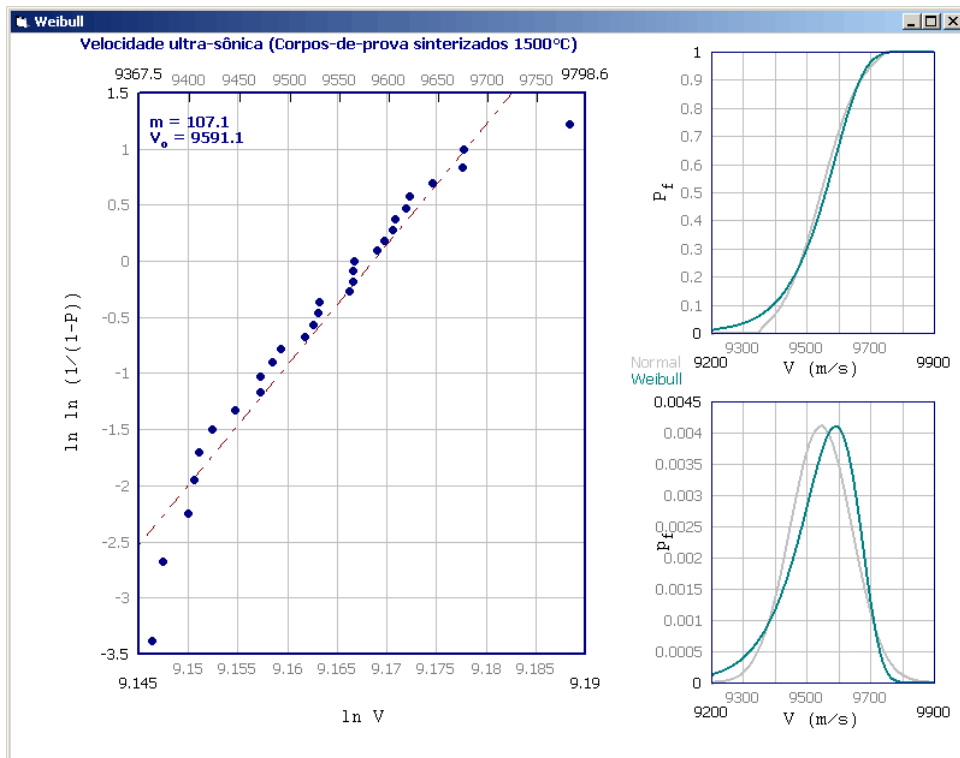


Figura C.7 - Distribuição de Weibull para velocidade (1500 °C).

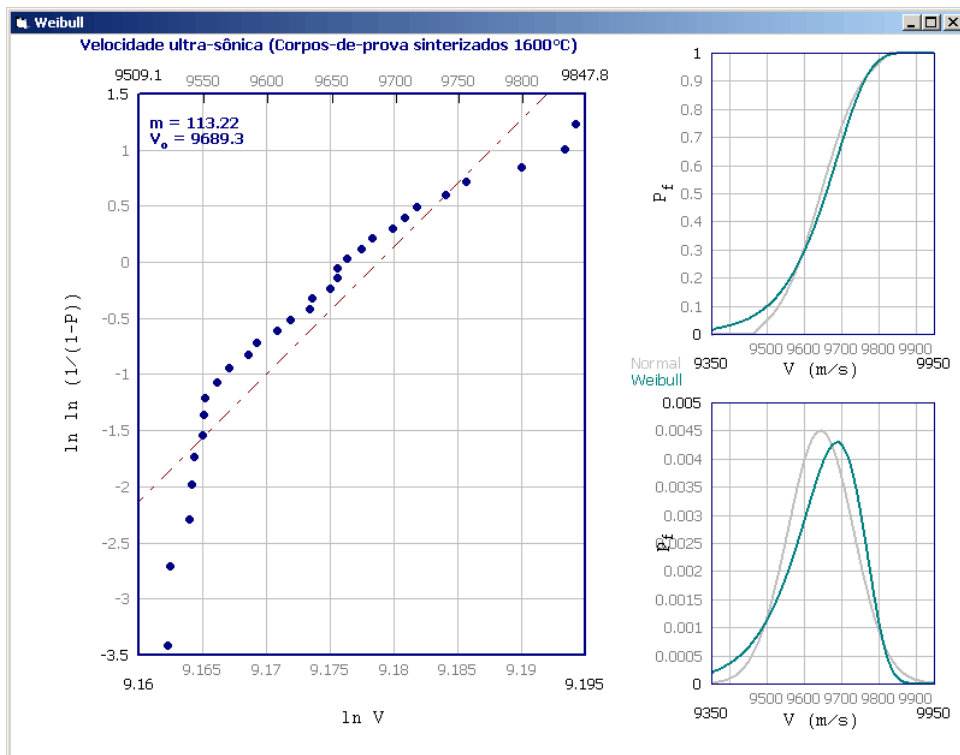


Figura C.8 - Distribuição de Weibull para velocidade (1600 °C).

## C.2 - Coeficiente de atenuação

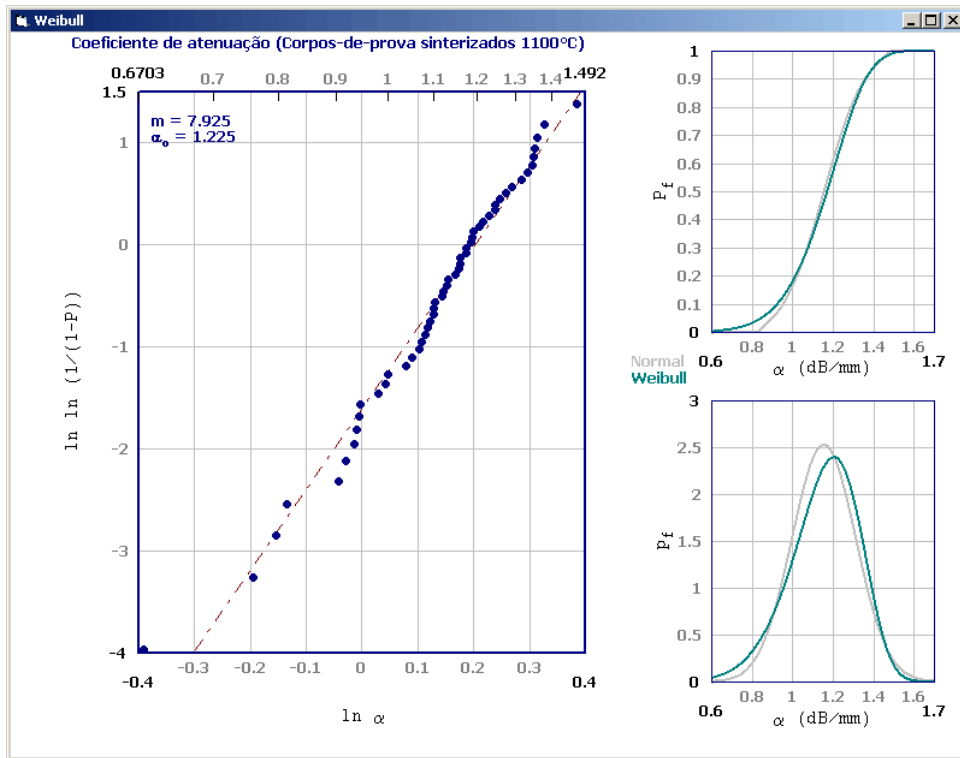


Figura C.9 - Distribuição de Weibull para atenuação (1100 °C).

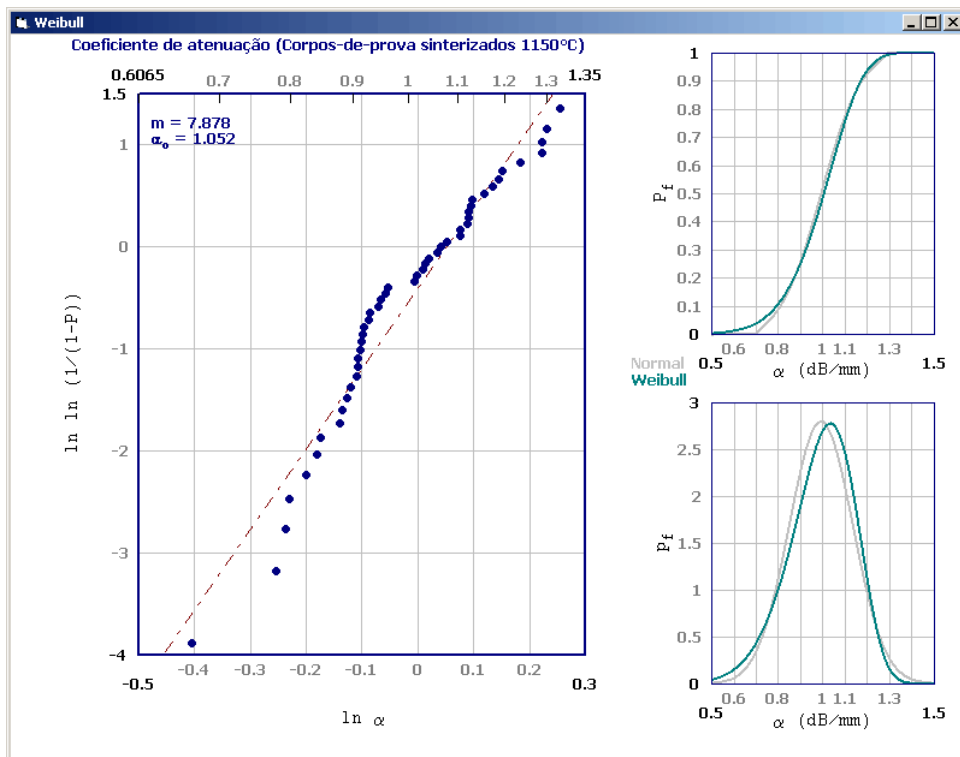


Figura C.10 - Distribuição de Weibull para atenuação (1150 °C).

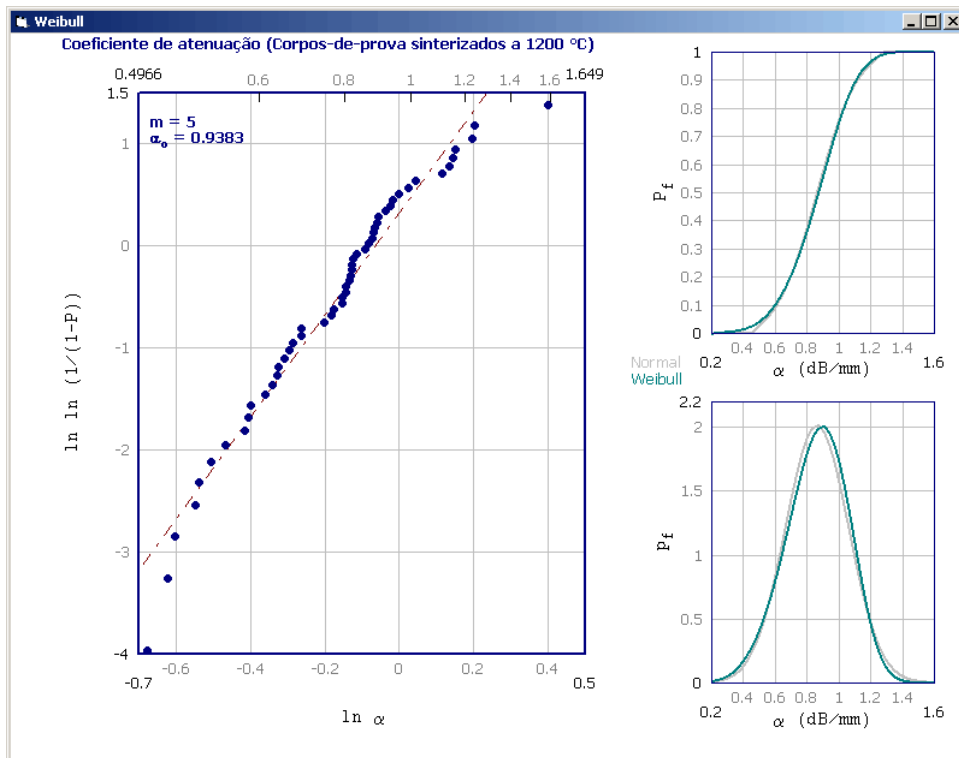


Figura C.11 - Distribuição de Weibull para atenuação (1200 °C).

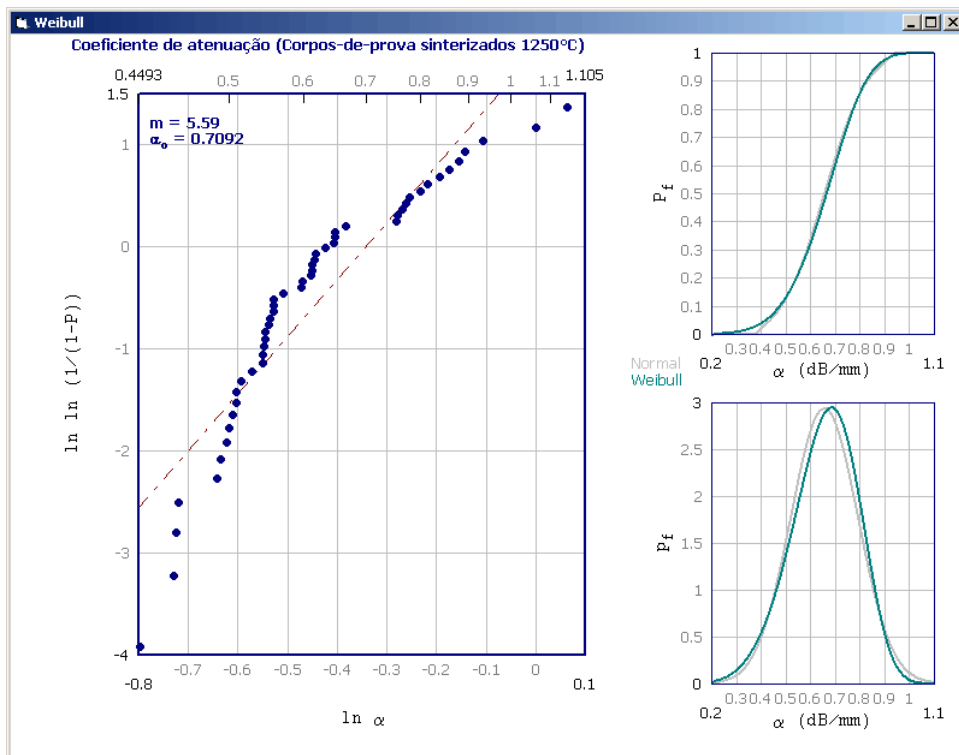


Figura C.12 - Distribuição de Weibull para atenuação (1250 °C).

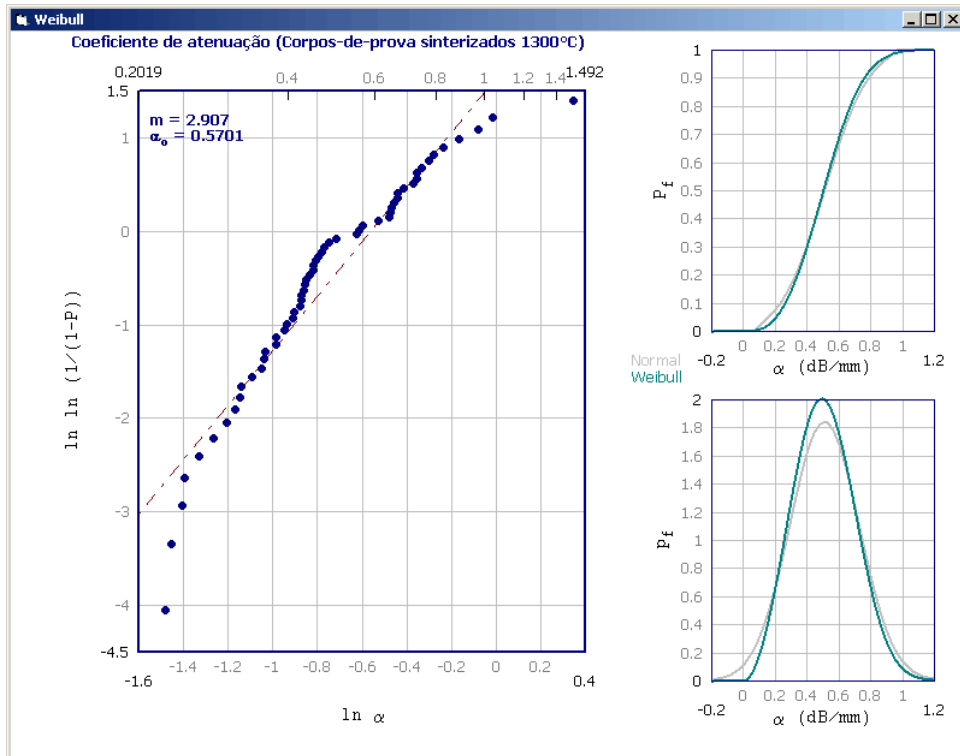


Figura C.13 - Distribuição de Weibull para atenuação (1300 °C).

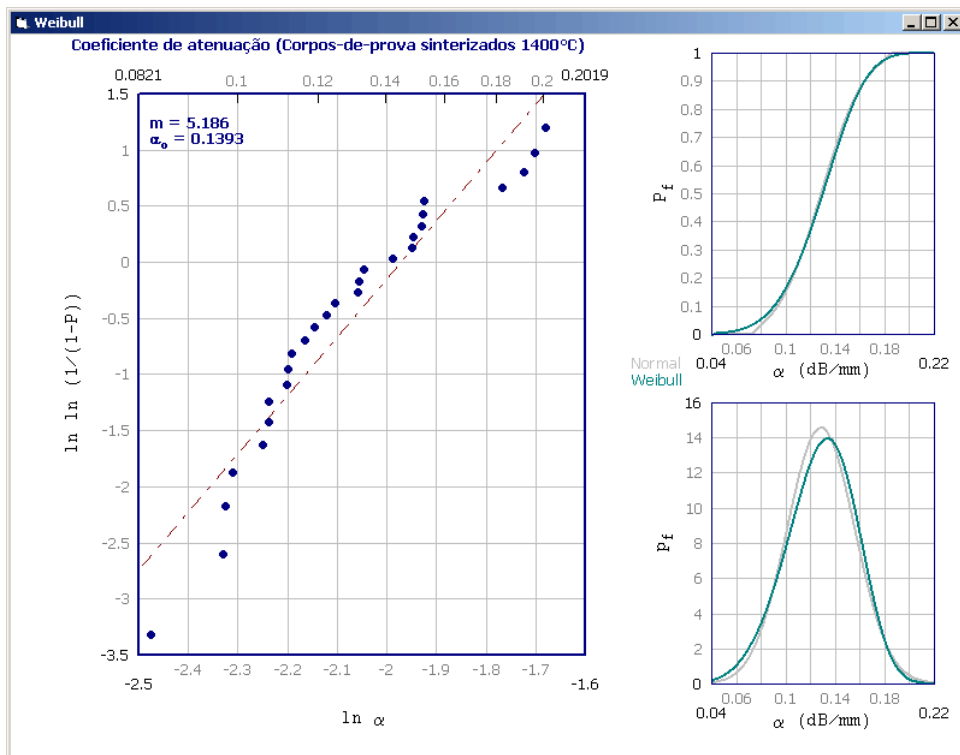


Figura C.14 - Distribuição de Weibull para atenuação (1400 °C).

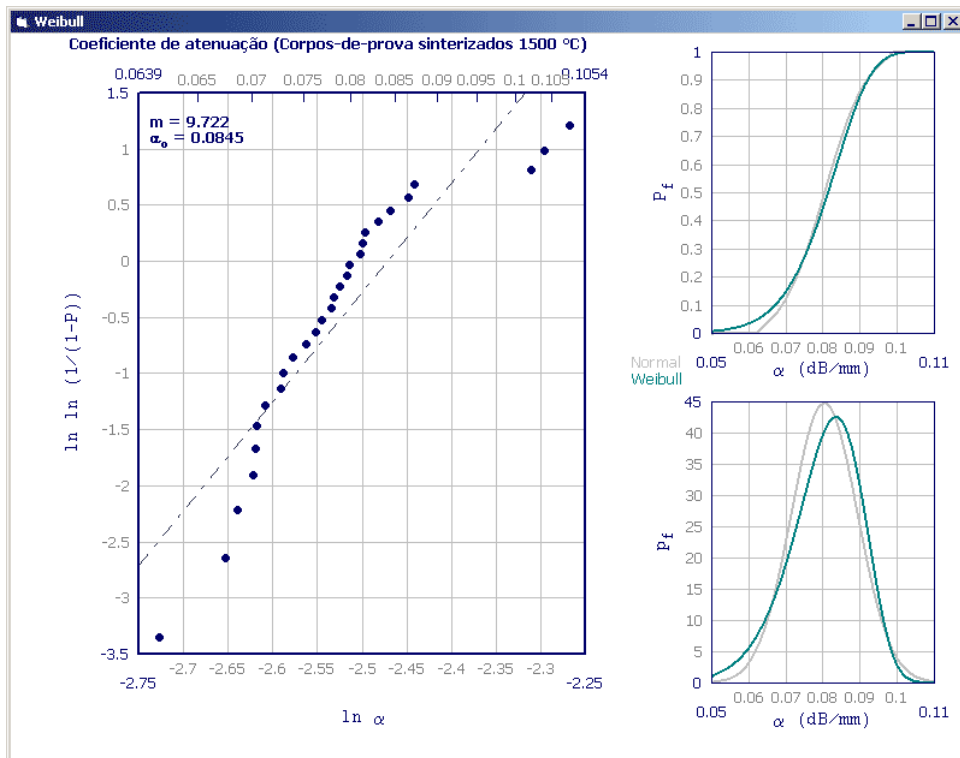


Figura C.15 - Distribuição de Weibull para atenuação (1500 °C).

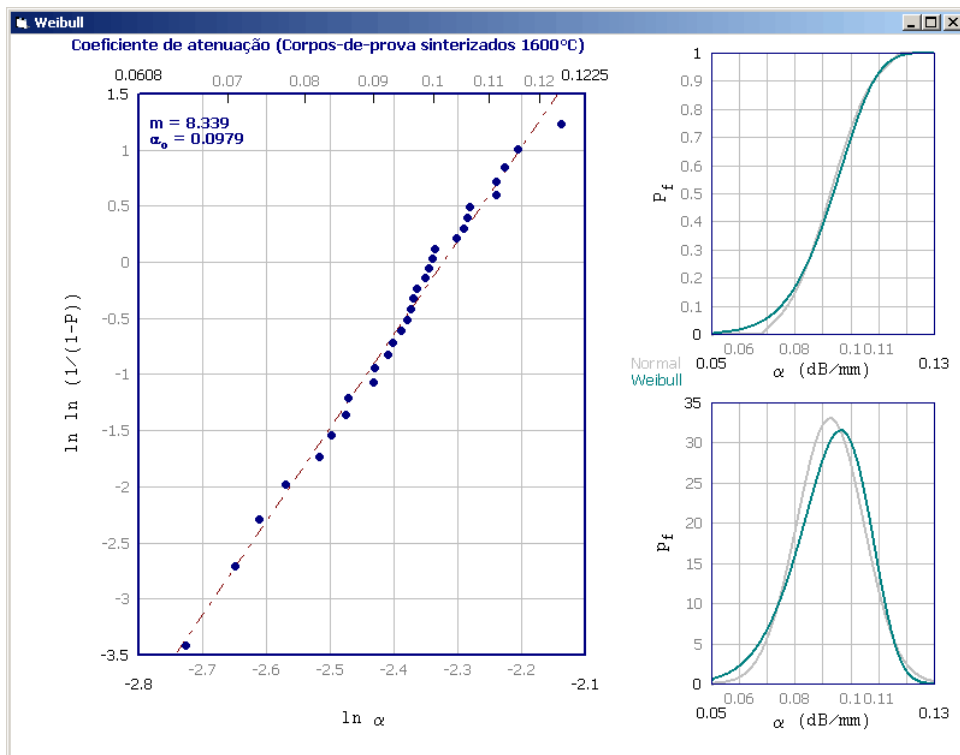


Figura C.16 - Distribuição de Weibull para atenuação (1600 °C).



## C.1 - Resistência Mecânica

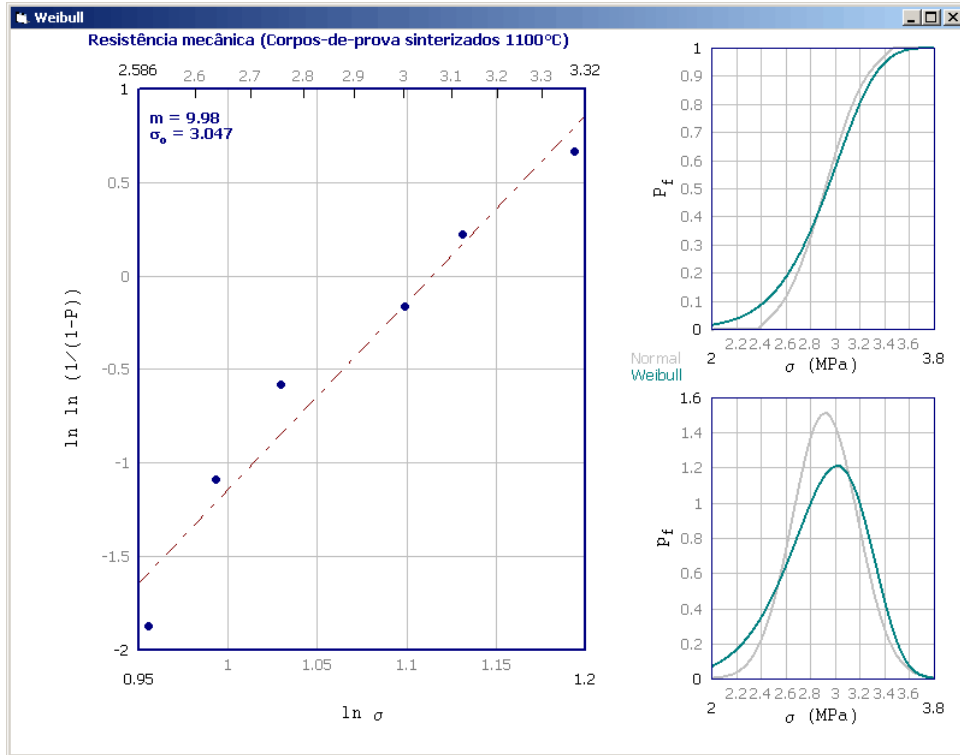


Figura C.17 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1100 °C).

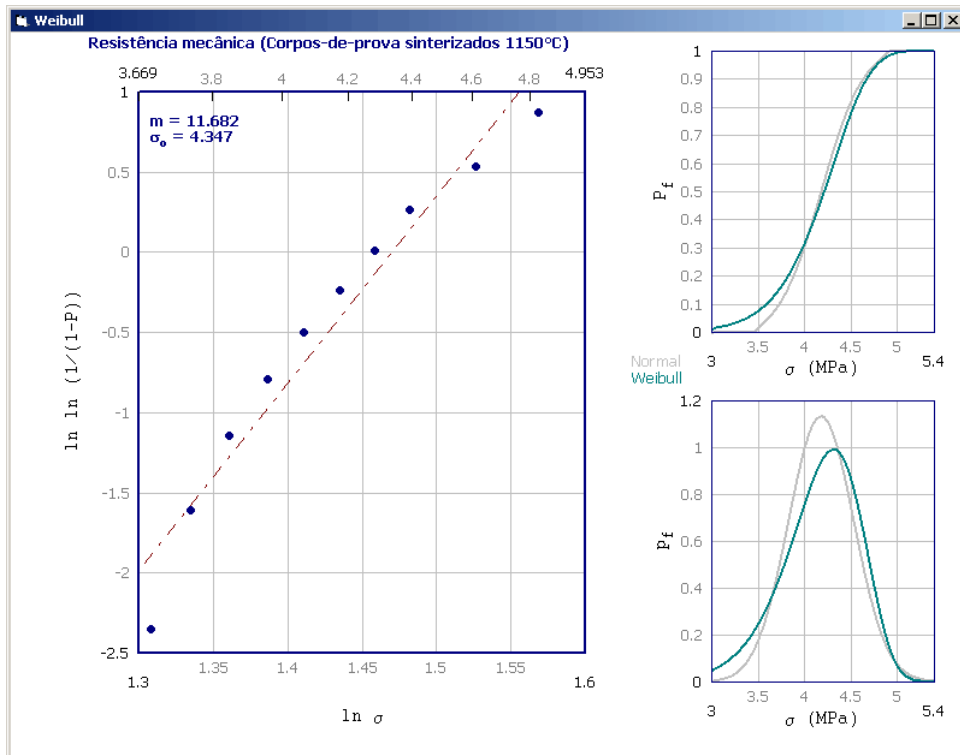


Figura C.18 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1150 °C).

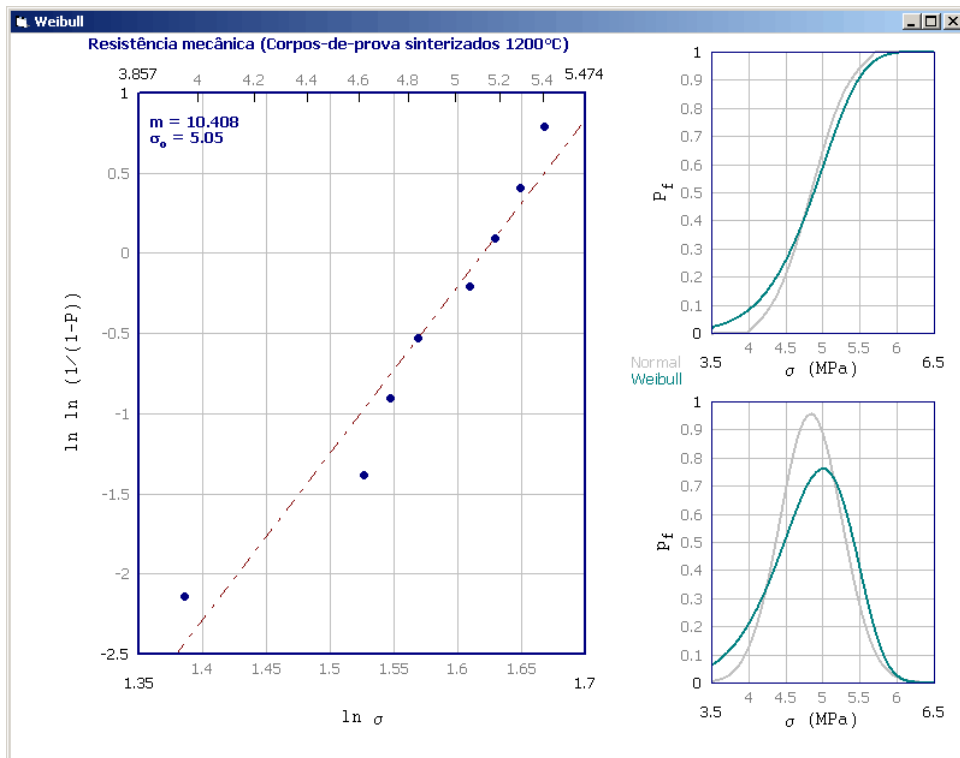


Figura C.19 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1200 °C).

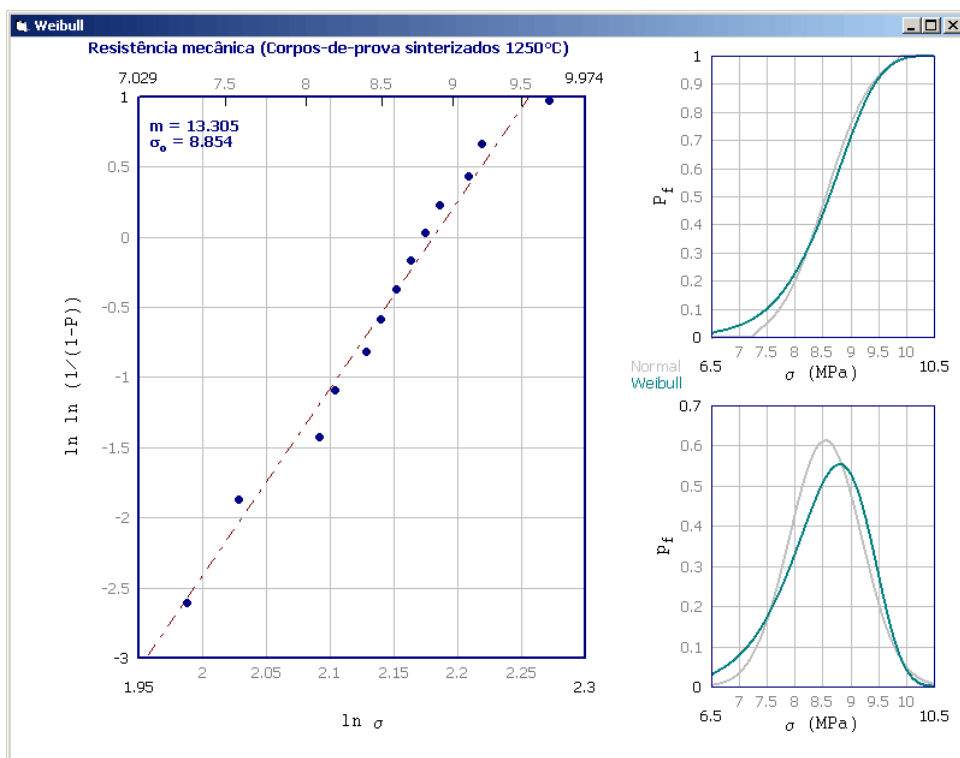


Figura C.20 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1250 °C).

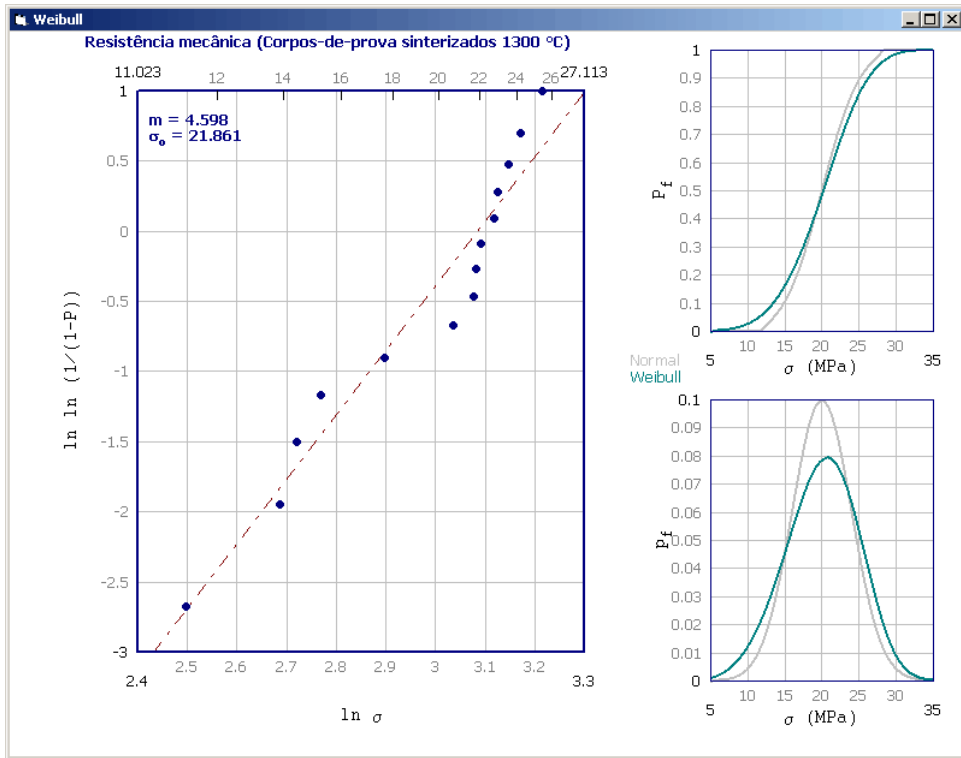


Figura C.21 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1300 °C).

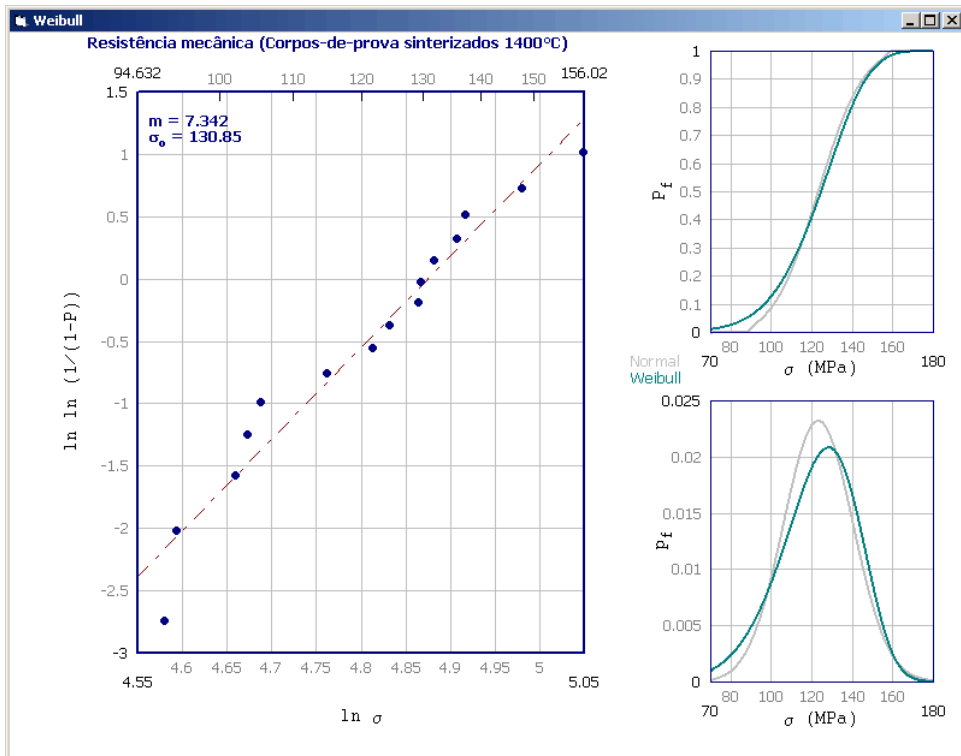


Figura C.22 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1400 °C).

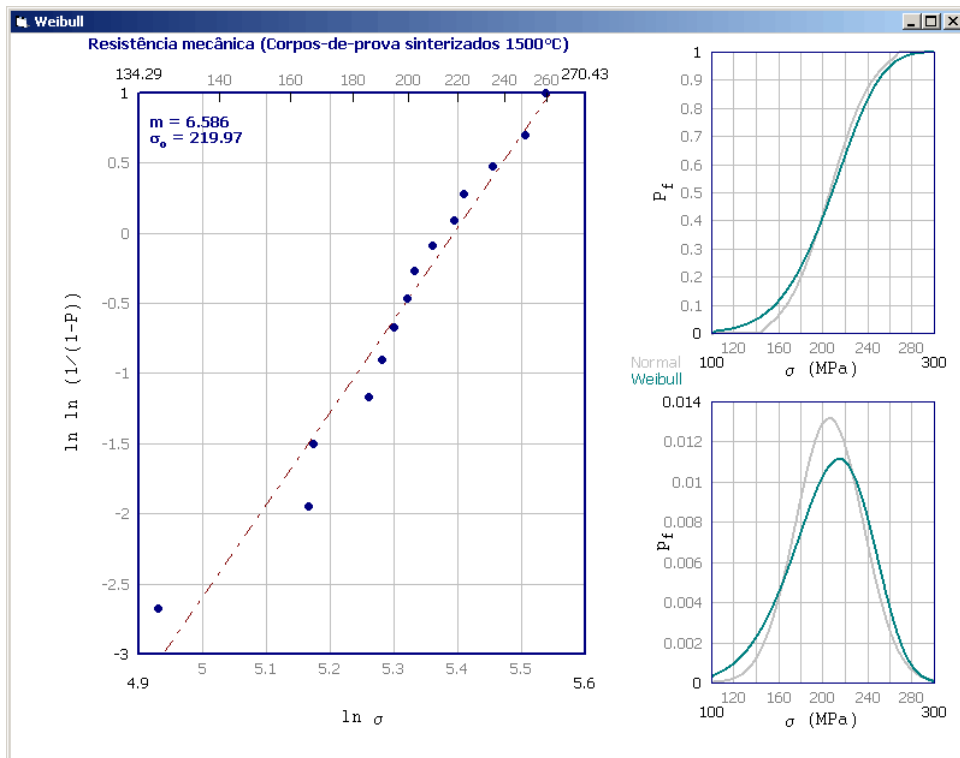


Figura C.23 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1500 °C).

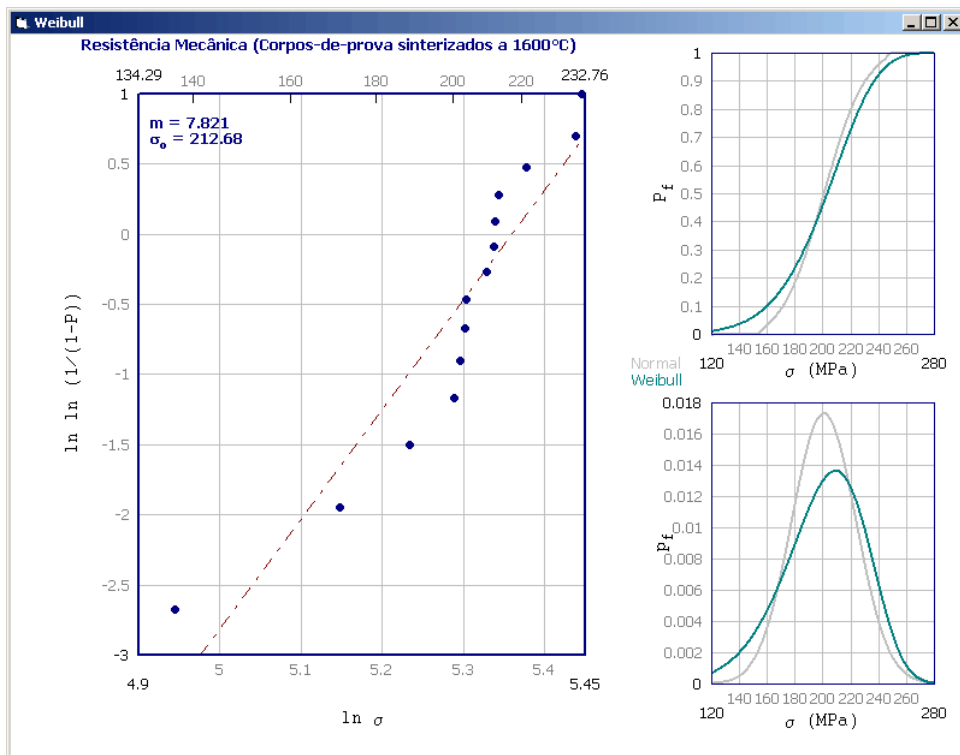


Figura C.24 - Distribuição de Weibull para resistência mecânica (1600 °C).

## **ANEXO D**

Propriedades acústicas de materiais selecionados

TABELA D.1 - Propriedades acústicas de materiais I.

<b>Material</b>	<b><math>\rho</math> g/cm<sup>3</sup></b>	<b><math>V_L</math> m/s</b>	<b><math>V_T</math> m/s</b>	<b><math>Z_L \cdot 10^5</math> g/cm<sup>2</sup>s</b>
Alumina	2,60	9810	<i>ND</i>	25,5
Tijolo	3,60	3650	2560	15,3
Argila	2,50	3480	3420	14,2
Concreto	2,30	3650	<i>ND</i>	6,9-10,4
Sílex	3,60	4260	2690	18,9
Vidro coroa (reg.)	2,60	5660	3520	14,5
Vidro coroa (pesado)	<i>ND</i>	5260	3260	<i>ND</i>
Vidro de quartzo	2,60	5570	3430	14,5
Vidro Janela	<i>ND</i>	6790	3430	<i>ND</i>
Vidro, Prato	2,75	5710	<i>ND</i>	10,7
Vidro, Pyrex	<i>ND</i>	5560	1980	<i>ND</i>
Granito	<i>ND</i>	3900	<i>ND</i>	<i>ND</i>
Gelo	0,9	3990	3260	16,4
Marfim	2,17	3010	<i>ND</i>	1,4
Mármore	1,54	6150	<i>ND</i>	9,5
Sal de rocha	<i>ND</i>	4780	<i>ND</i>	<i>ND</i>
Sal Rochelle	2,20	5360	3760	13,1
Safira	2,60	9800	<i>ND</i>	25,5
Sílica (fundida)	2,20	5960	<i>ND</i>	13,1
Ardósia	<i>ND</i>	4500	<i>ND</i>	<i>ND</i>
Enxofre (115° C)	<i>ND</i>	1350	<i>ND</i>	<i>ND</i>

TABELA D.2 - Propriedades acústicas de materiais II.

<b>Material</b>	<b><math>\rho</math> g/cm<sup>3</sup></b>	<b><math>V_L</math> km/s</b>	<b><math>V_T</math> km/s</b>	<b><math>Z_L \cdot 10^5</math> g/cm<sup>2</sup>s</b>
Aço carbono (recozido)	7,85	5,94	3,24	4,66
Aço liga (recozido)	7,86	5,95	3,26	4,68
Aço liga (temperado)	7,8	5,90	3,23	4,6
Ferro fundido	6,95-7,35	3,5-5,6	2,2-3,2	2,5-4,0
Aço 52100 (recozido)	7,83	5,99	3,27	4,69
Aço 52100 (temperado)	7,8	5,89	3,20	4,6
Aço ferramenta D6 (recozido)	7,7	6,14	3,31	4,7
Aço ferramenta D6 (temperado)	7,7	6,01	3,22	4,6
Aço inoxidável 302	7,9	5,66	3,12	4,47
Aço inoxidável 304L	7,9	5,64	3,07	4,46
Aço inoxidável 347	7,91	5,74	3,10	4,54
Aço inoxidável 410	7,67	5,39	2,99	4,13
Aço inoxidável 430	7,7	6,01	3,36	4,63
Alumínio 1100-O	2,71	6,35	3,10	1,72
Liga Alumínio 2117-T4	2,80	6,25	3,10	1,75
Berílio	1,85	12,80	8,71	2,37
Cobre 110	8,9	4,70	2,26	4,18
Liga de cobre 260	8,53	3,83	2,05	3,27
Liga de cobre 464	8,41	4,43	2,12	3,73
Liga de cobre 510	8,86	3,53	2,23	3,12
Liga de cobre 752	8,75	4,62	2,32	4,04
Chumbo puro	11,34	2,16	0,70	2,45
Chumbo duro (94Pb-6Sb)	10,88	2,16	0,81	2,35
Liga Magnésio M1A	1,76	5,74	3,10	1,01
Mercúrio (l)	13,55	1,45	-	1,95
Molibdênio	10,2	6,25	3,35	6,38
Níquel puro	8,8	5,63	2,96	4,95
Níquel Inconel	8,5	5,82	3,02	4,95
Níquel Inconel X-750	8,3	5,94	3,12	4,93
Níquel Monel	8,83	5,35	2,72	4,72
Titânio	4,5	6,10	3,12	2,75
Tungstênio	19,25	5,18	2,87	9,98
Ar	0,00129	0,331	-	0,00004
Etileno Glicol	1,11	1,66	-	0,18
Vidro plano	2,5	5,77	3,43	1,44
Vidro Pyrex	2,23	5,57	3,44	1,24
Glicerina	1,26	1,92	-	0,24
Óleo Máquina (SAE 20)	0,87	1,74	-	0,150
Óleo de transformador	0,92	1,38	-	0,127
Parafina	0,9	2,2	-	0,2
Lucite, Plexiglas (polímeros)	1,18	2,67	1,12	0,32
Nylon	1,0-1,2	1,8-2,2	-	0,18-0,27
Teflon	2,2	1,35	-	0,30
Quartzo natural	2,65	5,73	-	1,52
Borracha vulcanizada	1,1-1,6	2,3	-	0,25-0,37
Carbeto de tungstênio	10-15	6,66	3,98	6,7-9,9
Água líquida	1,0	1,49	-	0,149
Gelo	0,9	3,98	1,99	0,36