



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA MECÂNICA

FILIPE ELIAKINE PATRICIO DOS SANTOS

**PRODUÇÃO E ESTUDO DE COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS
DE MATRIZ CERÂMICA ZIRCÔNIA-LANTÂNIA-TITÂNIA PARA REVESTIMENTO
DO SISTEMA DE EXAUSTÃO DE MOTOR DO SETOR AEROESPACIAL**

Recife - PE

2025

FILIFE ELIAKINE PATRÍCIO DOS SANTOS

**PRODUÇÃO E ESTUDO DE COMPORTAMENTO MECÂNICO DE COMPÓSITOS
DE MATRIZ CERÂMICA ZIRCÔNIA-LANTÂNIA-TITÂNIA PARA REVESTIMENTO
DO SISTEMA DE EXAUSTÃO DE MOTOR DO SETOR AEROESPACIAL**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, no Centro de Tecnologia e Geociências da Universidade Federal de Pernambuco, como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Engenharia Mecânica. Área de concentração: Engenharia de Materiais e Fabricação.

Orientador: Prof. Dr. Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira

Orientador externo: Prof. Dr. Yogendra Prasad Yadava

Recife-PE

2025

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Santos, Filipe Eliakine Patricio Dos.

Produção e estudo de comportamento mecânico de compósitos de matriz cerâmica zircônia-lantânia-titânia para revestimento do sistema de exaustão de motor do setor aeroespacial / Filipe Eliakine Patricio Dos Santos. - Recife, 2025.

79f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, 2025.

Orientador: Ricardo Artur Sanguinetti Ferreira.

Orientador externo: Yogendra Prasad Yadava.

Inclui referências.

1. ZrO₂ -La₂O₃ -TiO₂; 2. Revestimento térmico; 3. Compósito cerâmico; 4. Turbinas a gás. I. Ferreira, Ricardo Artur Sanguinetti. II. Yadava, Yogendra Prasad. III. Título.

UFPE-Biblioteca Central

AGRADECIMENTOS

Primeiramente a Deus em quem não há mudança nem sombra de variação! Obrigado Senhor, por toda ajuda do início ao fim deste mestrado!

Aos meus pais, Edvaldo Bezerra e Lenilda Félix, pela compreensão e incentivo nos estudos.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Yadava, por me facultar esta oportunidade, pela orientação e conhecimentos compartilhados durante este mestrado!

Gratidão ao Prof. Dr. Ricardo Sanguinetti, pela paciência, ajuda e parceria na realização desta pesquisa!

Ao Departamento e ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPE, pelo apoio relacionado à realização dos experimentos.

Ao Laboratório de Cerâmicas Especiais da UFPE pelos recursos técnicos disponibilizados.

Ao INTM, pelo apoio na realização dos ensaios, em especial aos técnicos de laboratório: Janaina Cirino, João Lucas, Rúbens Andrade e Walter Leandro.

Aos professores do curso de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica da UFPE que contribuíram de forma muito significativa na minha formação.

Aos nobres colegas e amigos que a Pós-graduação me apresentou e que me auxiliaram na conclusão deste mestrado: Renata Domingues, Bruna Amorim, Matheus Antônio e Gisele Macêdo.

À FACEPE, pelo apoio financeiro, e a todos que cooperaram de forma direta e indireta para o êxito deste trabalho!

RESUMO

O setor aeroespacial, composto pelos setores de defesa, aeronáutica e espacial, é um ramo industrial que expressa considerável valor tecnológico e financeiro em seu produto final. O sistema de exaustão dos veículos aeroespaciais, especificamente o bocal de exaustão, tem sido alvo de pesquisas que visam melhorar sua eficiência e vida útil. Cerâmicas à base de zircônia têm sido utilizadas como proteção térmica, minimizando as solicitações térmicas e mecânicas no substrato. O presente trabalho tem como objetivo a produção e caracterização de compósitos cerâmicos $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2$ para a aplicação como TBC,s (Barreiras Térmicas de Proteção) de turbinas a gás do setor aeroespacial. Os compósitos foram produzidos por reação em estado sólido, homogeneizados em moinho de bolas, compactados e sinterizados a $1350^{\circ}C$ por 24 horas. Posteriormente, foram caracterizados com relação à estrutura, microestrutura e propriedades mecânicas por meio de análise de difração de raios X, análise de tamanho de partícula, microscopia eletrônica de varredura, ensaio de energia dispersiva, microdureza Vickers, ensaio de flexão, ensaio de tenacidade à fratura e compressão. Os difratogramas obtidos pela análise de difração de raios X comprovaram a formação dos compósitos. No compósito $65ZrO_2-15La_2O_3-20TiO_2$, foi perceptível uma microestrutura com boa homogeneidade em relação à distribuição granulométrica e de fases. O compósito $70ZrO_2-15La_2O_3-15TiO_2$ mostrou uma melhora na microestrutura a qual exibiu grãos mais compactos e que podem está atrelados ao percentual de titânia e zircônia empregados. Os resultados das análises empregadas no estudo dos compósitos, mostraram que o compósito $70ZrO_2-15La_2O_3-15TiO_2$ apresenta maior potencial para o emprego como TBC,s para seções quentes de turbinas a gás do setor aeroespacial.

Palavras-chave: $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2$. Revestimento térmico. Compósito cerâmico. Turbinas a gás.

ABSTRACT

The aerospace sector, comprising the defense, aeronautics and space sectors, is an industrial branch that expresses considerable technological and financial value in its final product. The exhaust system of aerospace vehicles, specifically the exhaust nozzle, has been the target of research aimed at improving its efficiency and useful life. Zirconia-based ceramics have been used as thermal protection, minimizing thermal and mechanical stresses on the substrate. The present work aims to produce and characterize $\text{ZrO}_2\text{-La}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ ceramic composites for application as CBTs in gas turbines in the aerospace sector. The composites were produced by solid-state reaction, homogenized in a ball mill, compacted and sintered at 1350°C for 24 hours. Subsequently, they were characterized in relation to structure, microstructure and mechanical properties by means of X-ray diffraction analysis, particle size analysis, scanning electron microscopy, energy dispersive test, Vickers microhardness, bending test, fracture toughness and compression test. The diffractograms obtained by X-ray diffraction analysis confirmed the formation of the composites. In the $65\text{ZrO}_2\text{-15La}_2\text{O}_3\text{-20TiO}_2$ composite, a microstructure with good homogeneity in relation to the particle size and phase distribution was noticeable. The $70\text{ZrO}_2\text{-15La}_2\text{O}_3\text{-15TiO}_2$ composite showed an improvement in the microstructure which exhibited more compact grains that can be linked to the percentage of titania and zirconia used. The results of the analyses used in the study of the composites showed that the $70\text{ZrO}_2\text{-15La}_2\text{O}_3\text{-15TiO}_2$ composite has greater potential for use as TBCs for hot sections of gas turbines in the aerospace sector.

Keywords: $\text{ZrO}_2\text{-La}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$. Thermal coating. Ceramic composite. Gas turbine.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Turbina a gás.....	6
Figura 2 - Bocal convergente-divergente.....	7
Figura 3 - Revestimento TBC.....	10
Figura 4 - Polimorfismo da zircônia pura.....	12
Figura 5 – Tenacidade induzida por tensão.....	13
Figura 6 - Estrutura polimórficas do TiO ₂	14
Figura 7 - Estrutura atômica da lantânia.....	15
Figura 8 - Ilustração de um material compósito.....	16
Figura 9 - Giro do moinho de bolas em torno do seu eixo.....	18
Figura 10 - Difração laser durante a análise do tamanho de partículas.....	19
Figura 11 - Estágios da compactação do pó.....	20
Figura 12 - Métodos de compactação: (a) simples ação e (b) dupla ação.....	21
Figura 13 – Prensagem isostática a frio.....	22
Figura 14 - Sinterização em estado sólido (a) particulados antes da sinterização (b) particulados após sinterização.....	23
Figura 15 - Estágios de sinterização.....	24
Figura 16 - Microestrutura de uma cerâmica policristalina.....	26
Figura 17 - Modos de fratura (a) modo de abertura (b) modo de deslizamento (c) modo de rasgamento	27
Figura 18 - Diferença entre trincas Half-Penny (sistema de trincas mediano) e trincas Palmqvist.....	29
Figura 19 - Impressão do indentador Vickers.....	29
Figura 20 - Ensaio de flexão a) flexão em três pontos e b) flexão em quatro pontos.....	32
Figura 21 - Esquema do ensaio de compressão diametral a) posicionamento do corpo de prova antes do ensaio e b) corpo de prova fraturado após o ensaio.....	34
Figura 22 - Ensaio de compressão diametral.....	35
Figura 23 -Fluxograma experimental.....	36
Figura 24 - Seleção e pesagem dos óxidos a) balança analítica e b) óxidos selecionados.....	37
Figura 25 - Equipamento de moagem (a) moinho de bolas e (b) jarro onde se coloca as esferas.....	38
Figura 26 - Equipamento de análise de tamanho de partículas.....	39
Figura 27 - Compactação dos pós (a) matriz (b) compactado verde (c) prensa hidráulica.....	40
Figura 28 - Etapa de sinterização (a) forno tipo mufla (b) compactado verde....	41
Figura 29 - Difração de raios X pelos planos atômicos.....	43
Figura 30 - Ensaio de dureza Vickers.....	45
Figura 31 - Indentação da amostra.....	46
Figura 32 - Detalhamento da fabricação dos corpos de prova até o ensaio de	

flexão.....	47
Figura 33 - Ensaio de compressão diametral.....	49
Figura 34 - Difratoograma de raios X do compósito cerâmico 65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂ sinterizado a 1350° C por 24 horas.....	50
Figura 35 - Difratoograma de raios X do compósito cerâmico 70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂ sinterizado a 1350° C por 24 horas.....	51
Figura 36 - Curva de distribuição granulométrica do pó cerâmico 65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂	52
Figura 37 - Curva de distribuição granulométrica do pó cerâmico 70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂	52
Figura 38 - Micrografias eletrônicas de varredura do compósito 65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂ . Ampliação de (a) 5kx, (b) 10kx.....	54
Figura 39 - Micrografias eletrônicas de varredura do compósito 70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂ . Ampliação de (a) 5kx, (b) 10kx.....	55
Figura 40 - Espectroscopia de Energia Dispersiva do compósito cerâmico 65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂	56
Figura 41 - Espectroscopia de Energia Dispersiva do compósito cerâmico 70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂	57
Figura 42 - Ensaio de tenacidade do compósito 65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂ ...	60
Figura 43 - Ensaio de tenacidade do compósito 70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂ ...	61

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Equações para calcular a tenacidade à fratura pelo método da indentação Vickers.	30
Tabela 2 - Composições das cerâmicas.	37
Tabela 3 - Carga e tempo adotados na compactação.	39
Tabela 4 - Parâmetros da difração de raios x adotados na análise dos compósitos cerâmicos.	42
Tabela 5 - Microdureza Vickers média dos compósitos sintetizados.	58
Tabela 6 - Resistência à flexão e módulo de elasticidade em função do teor de adição de óxido de titânio.	59
Tabela 7 - Compressão diametral.	61

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	1
1.1 JUSTIFICATIVA.....	3
1.2 Objetivo geral.....	4
1.3 Objetivos específicos.....	4
2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA.....	5
2.1 TURBINA A GÁS.....	5
2.1.1 Partes principais e funcionamento.....	5
2.1.2 Bocal convergente-divergente.....	6
2.2 CERÂMICAS TRADICIONAIS.....	7
2.2.1 Cerâmicas avançadas.....	8
2.2.2 Revestimento de barreira térmica.....	9
2.2.3 Dióxido de zircônio (ZrO_2).....	11
2.2.4 Dióxido de titânio (TiO_2).....	13
2.2.5 Óxido de lantânio (La_2O_3).....	14
2.3 COMPÓSITOS CERÂMICOS.....	16
2.3.1 Processamento de materiais cerâmicos.....	17
2.3.2 Moagem.....	17
2.3.3 Análise de tamanho de partículas.....	18
2.3.4 Compactação dos pós.....	20
2.3.5 Sinterização.....	22
2.4 MICROESTRUTURAS DAS CERÂMICAS.....	25
2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS CERÂMICAS.....	26
2.5.1 Ensaio de tenacidade.....	27
2.5.1.1 Modos de falha.....	27
2.5.2 Cálculo do KIC pelo método da indentação.....	28
2.5.3 Ensaio de flexão.....	32
3 MATERIAIS E MÉTODOS.....	36
3.1 SELEÇÃO E PROCESSAMENTO DOS ÓXIDOS.....	36
3.1.1 Moagem.....	37
3.1.2 Análise de tamanho de partículas (ATP).....	38
3.1.3 Compactação.....	39
3.1.4 Sinterização.....	40
3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	41
3.2.1 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	44
3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura.....	44
3.2.3 Espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDS).....	44
3.2.4 Microdureza Vickers.....	45
3.2.5 Ensaio de flexão.....	47
3.2.6 Tenacidade à fratura.....	48
3.2.7 Compressão diametral.....	48

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES.....	49
4.1 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DOS COMPÓSITOS CERÂMICOS.....	49
4.1.1 Difração de raios X.....	49
4.1.2 Análise de tamanho de partícula.....	51
4.1.3 Caracterização microestrutural.....	53
4.1.4 Espectroscopia de energia dispersiva.....	55
4.1.5 Microdureza Vickers.....	57
4.1.6 Ensaio de flexão.....	58
4.1.7 Tenacidade à fratura.....	59
4.1.8 Compressão diametral.....	61
5 CONCLUSÕES.....	63
6 TRABALHOS FUTUROS.....	65
REFERÊNCIAS.....	66

1. INTRODUÇÃO

A indústria aeroespacial tem a competência de desenvolver atividades de pesquisa, projeto, fabricação e operações de aviões, foguetes de sondagem e outros veículos de caráter aéreo e espacial. Este setor possui uma variedade de atuações que envolvem o setor aeronáutico, de defesa e espacial. De acordo com a Associação das Indústrias Aeroespaciais (AIAB), a indústria aeroespacial brasileira é a maior do hemisfério sul e mantém-se como líder em vários segmentos deste setor (AIAB, 2024).

A turbina a gás é responsável pela propulsão de veículos aeroespaciais, o que justifica a sua vasta e indispensável aplicação. Trata-se de uma máquina térmica capaz de gerar potências maiores do que máquinas com o mesmo peso (PEREIRA e BENEGRÁ, 2011). O campo da propulsão aeronáutica foi o mais impactado, pois a turbina a gás permitiu a fabricação de aviões mais potentes e leves (COHEN, ROGERS e SARAVANAMUTTOO, 1996).

No desenvolvimento da turbina a gás, um dos focos principais é o estudo das limitações mecânicas. Do ponto de vista termodinâmico, quanto maior a temperatura de operação do equipamento, maior será seu desempenho. A eficiência da turbina está intimamente ligada aos materiais que a constitui (COHEN, ROGERS e SARAVANAMUTTOO, 1996).

No caso de foguetes, durante a propulsão, gases oriundos da câmara de combustão escoam com elevada temperatura (2500 a 4100°C) e pressão na entrada do bocal de exaustão que acelera os gases produzindo o impulso (SUTTON e BIBLARZ, 2001 e POLYAEV e BURKALTSEV, 2002). O bocal de exaustão tem como finalidade transformar energia térmica em energia cinética. Os gases gerados na câmara de combustão são acelerados pelos bocais, sofrendo uma queda de pressão e temperatura enquanto que a velocidade atinge elevados valores (1800 a 4300m/s).

Devido às condições de trabalho dos bocais, como altas temperaturas e velocidade dos gases, o substrato tende a sofrer oxidação, erosão, corrosão dentre outros efeitos degradantes. A fim de proporcionar uma proteção térmica ao substrato, revestimentos como barreiras térmicas (TBCs – Thermal Barrier Coatings)

têm ganhado espaço no setor aeroespacial, pela tecnologia simples de aplicação e por proporcionar maior tempo de vida útil ao bocal (SCHLOESSER et al., 2010).

Os compósitos de matriz cerâmica têm sido alvo de pesquisa e interesse do setor aeroespacial quanto à sua aplicação como TBCs, a fim de revestir partes quentes da exaustão. A natureza refratária dos materiais cerâmicos atrai aplicações que demandam alto fluxo de calor. Porém, a relativa alta densidade dessa classe de materiais bem como a fragilidade, ainda são desafios a serem superados pela engenharia (DICHIARA et al., 2005).

Dentre os materiais refratários, o dióxido de zircônia mostra-se como forte candidato para múltiplas aplicações de engenharia. Alta resistência mecânica, estabilidade química, resistência ao desgaste, tenacidade à fratura e coeficiente de dilatação térmica próximo ao do ferro e à base de ferro ligas, são propriedades inerentes a esse material (WU et al., 2004). No entanto, a fragilidade também é uma característica que acompanha o dióxido de zircônio por se tratar de um cerâmico.

Para diminuir a fragilidade da zircônia (ZrO_2), são adicionados óxidos que atuam como reforços, melhorando a integridade mecânica da cerâmica. A exemplo disto, se tem o óxido de ítrio que, devido à sua alta resistência ao choque térmico, baixa condutividade térmica e elevada tenacidade à fratura, tem sido bastante utilizado em conjunto com o óxido de zircônio em aplicações como TBCs (KARAOGLANLI, OZGURLUK, GULEC, OZKAN e BINAL, 2023).

Importantes estudos foram realizados na fabricação de compósitos do tipo ZrO_2 -ítria (Y_2O_3), ZrO_2 -céria (CeO_2), ZrO_2 -cálcio (CaO) e ZrO_2 - Y_2O_3 -magnésia (MgO) onde os resultados mostraram-se animadores quanto ao uso como TBCs (FERREIRA, 2010; MARTINS, 2013; SANTOS, 2011; RÉGO et al., 2012).

O emprego do óxido de lantânio pode ser muito benéfico na produção de compósitos de matriz cerâmica, uma vez que atua como catalisador, agente modificador da microestrutura do revestimento, redutor da temperatura de sinterização, além de proporcionar o refinamento de grãos (MAIA; BOZANO, 2000; SOUSA, 2013).

Gomes (2016) produziu cerâmicas de zircônia estabilizada com lantânia e adição de 5-20% de titânia, cujos valores de dureza variaram entre 115,24 e 436,78 HV. Em que, a dureza aumentava gradativamente para maiores adições de La_2O_3 e TiO_2 . Constantino (2021) verificou em seu trabalho que a adição de titânia favoreceu

a redução de zonas de poros, proporcionando maior coalescência dos grãos, o que refletiu nas propriedades mecânicas do compósito.

A fim de proporcionar maior tempo de vida útil aos bocais, diminuir o peso do veículo que é gerado por componentes de níquel, possibilitar operações em maiores temperaturas e potência, este trabalho se propõe desenvolver compósitos de matriz cerâmica zircônia-titânia-lantânia para revestimento de bocais de exaustão de turbinas aeroespaciais. Neste trabalho foram produzidos compósitos de matriz cerâmica por processo termomecânico com diferentes percentuais de aditivos cerâmicos titânia e lantânia. Todos os compósitos cerâmicos foram caracterizados quanto à sua estrutura e microestrutura por difração de raios-X e Microscopia Eletrônica de Varredura. O Comportamento mecânico dos compósitos foi estudado por ensaios de tenacidade à fratura, flexão e compressão diametral a fim de avaliar o potencial destes materiais para aplicações como revestimento do sistema de exaustão de motor do setor aeroespacial.

1.1 JUSTIFICATIVA

Existem vários compósitos de matriz cerâmica que estão sendo estudados pela indústria aeroespacial. Muitos materiais para matrizes e processos de diferentes níveis de complexidade estão sendo empregados. O resultado geral, mesmo para os sistemas mais conhecidos, é que não existe uma compreensão completa das microestruturas resultantes para possibilitar a previsão de vida útil do componente e nem um método para documentar os mecanismos específicos de acumulação de danos que geralmente são por tração, compressão, cisalhamento, fluência e fadiga.

As altas temperaturas de processamento de prensagem a quente ou sinterização tendem a interagir com reforços, por isso o cuidado em aumentar o endurecimento por tensão residual ou outros mecanismos. Os constituintes cerâmicos auxiliares na sinterização, muitas vezes necessários, podem densificar demasiadamente o material e prejudicar seu desempenho em uso. Otimização microestrutural continua sendo um aspecto importante para a fabricação de materiais promissores com aplicação aeroespacial.

A introdução de uma nova tecnologia para o setor aeroespacial muitas vezes começa com a oportunidade trazida por uma necessidade específica que seria

justificável o investimento para trazer a tecnologia para aplicação. A oportunidade de compósitos cerâmicos vêm de vários fatores: propriedades estáveis e aumento dos volumes de produção de fibras de cerâmicas (óxido e não-óxidos), como fornecedores utilizando processos de fabricação estabelecidas, e bons resultados de desempenho dos programas de demonstração em grande escala e protótipos.

Nesse contexto, a necessidade da indústria aeroespacial em diminuir o peso sobre os sistemas à base de níquel e de operar a temperaturas cada vez mais elevadas torna o desenvolvimento de materiais cerâmicos extremamente estratégico para o desenvolvimento do setor aeroespacial.

1.2 Objetivo geral

Produzir compósitos de matriz cerâmica zircônia-titânia-lantânia, estudar os aspectos estruturais, microestruturais e comportamento mecânico por meio de ensaios de tenacidade à fratura, flexão, dureza Vickers e compressão diametral.

1.3 Objetivos específicos

1. Produzir compósitos cerâmicos ZrO_2 - TiO_2 - La_2O_3 com diferentes porcentagens de óxidos aditivos por processo termo-mecânico;
2. Caracterizar a estrutura e a microestrutura por difração de raios X e Microscopia Eletrônica de Varredura;
3. Estudar o comportamento mecânico por meio de ensaios de dureza Vickers, tenacidade à fratura, flexão e compressão diametral;
4. Analisar o potencial de aplicabilidade dos compósitos para revestimento do sistema de exaustão de motor do setor aeroespacial.

2. FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

2.1 TURBINA A GÁS

Boa parte dos motores atuais são do tipo turbinas a gás que transformam a energia térmica em energia cinética. A energia cinética também é manifestada em forma de jato que pode gerar impulso a um veículo aeroespacial. (ROLLS-ROYCE, 2005). Ainda segundo Boyce (2002), a turbina é uma fonte de potência capaz de produzir enorme quantidade de energia mesmo com seu tamanho e peso relativamente pequenos.

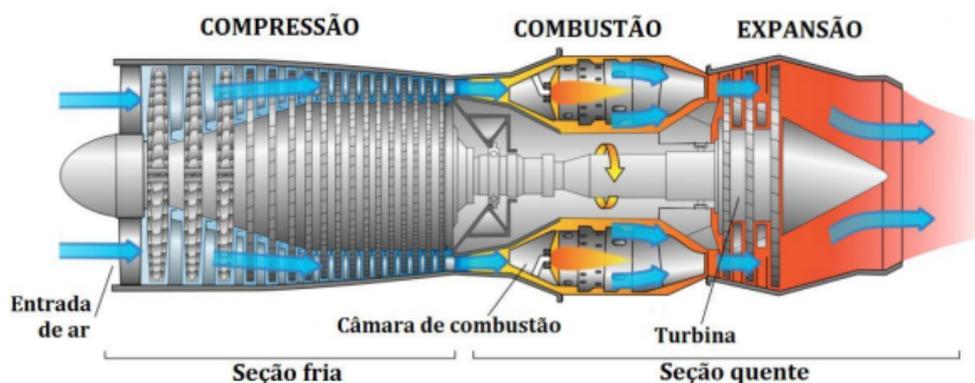
Nos últimos 30 anos, as turbinas mostraram um grande crescimento motivado pelo desenvolvimento de novos materiais, revestimentos e formas de resfriamento. Com otimizações nos compressores, a eficiência térmica das turbinas aumentou de 15% para em torno de 45% (BOYCE, 2002).

2.1.1 Partes principais e funcionamento

De acordo com Queiroz e Matias (2003), este tipo de motor a combustão interna (turbina a gás) é composto por outros componentes que cooperam para a geração de energia através da conversão da queima do combustível em energia cinética. Tais componentes são:

1. Compressor: responsável pela admissão e compressão do ar atmosférico.
2. Câmara de combustão: o ar oriundo do compressor é misturado com o combustível o qual é injetado com pressão elevada. Os ignitores atuam para fornecer a centelha no momento de partida e após esta etapa, o processo se auto mantém.
3. Turbina: expande os gases quentes a uma alta velocidade por meio dos estágios contidos na turbina. Essa expansão gera potência para o giro do eixo acoplado ao compressor. Os gases RESTANTES, escoam em direção ao bocal de EXAUSTÃO.
4. Bocal de exaustão: Os gases remanescentes da expansão na turbina passam através do bocal que os acelera proporcionando o impulso para a o veículo aeroespacial, conforme mostrado na Figura 1.

Figura 1 - Turbina a gás.



Fonte: Fernandes (2012).

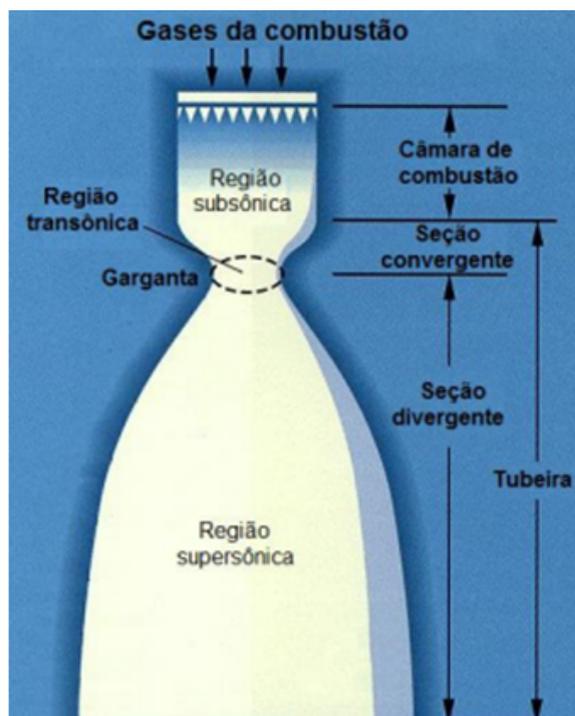
2.1.2 Bocal convergente-divergente

A função dos bocais de exaustão é converter energia térmica em cinética. Como já comentado, o gás oriundo da combustão atinge temperaturas entre 2226 a 3326°C e escoam até os bocais que o aceleram a velocidades que variam entre 1800 a 4300m/s (SUTTON & BIBLARZ, 2001 e POLYAEV & BURKAITSEV, 2002).

O bocal de exaustão é um elemento indispensável para a queima eficiente do propelente, devendo apresentar resistência à erosão provocada pelo escoamento de gases com elevada carga térmica. Sutton (2001), afirma que, quanto maior for a vazão mássica, maior a solitação térmica e mecânica do material.

O bocal como todo, é composto pela seção convergente, garganta e seção divergente. As velocidades são subsônicas na seção convergente e supersônicas na seção divergente, conforme a Figura 2.

Figura 2 - Bocal convergente-divergente.



Fonte: Oliveira (2013).

A seleção adequada dos materiais de fabricação e do perfil da tubeira, são de grande relevância para a eficiência do foguete no que se diz respeito à geração do impulso. A ablação, que é um processo de perda irreversível de matéria da superfície de um material exposto à ação de gás quente a alta velocidade, é comum em alguns componentes aeroespaciais como a tubeira. (PALMERIO, 2017 e FYKUROKAWA, 2003).

As ligas metálicas de titânio, tungstênio e alumínio são utilizadas com bastante frequência na fabricação de bocais de exaustão. A liga Ti-6Al-4V também é um material usado para esta finalidade por apresentar baixa densidade, alta resistência mecânica e resistência a ambientes corrosivos (FONSECA, 2023).

2.2 CERÂMICAS TRADICIONAIS

As cerâmicas são compostos formados por elementos metálicos e não metálicos com ligações interatômicas totalmente iônicas, ou com predominância iônica com alguma natureza covalente. Grande parte desta classe de materiais possui em sua composição, óxidos, nitretos e carbetos: óxido de alumínio (Al_2O_3),

dióxido de silício (SiO_2), carbeto de silício (SiC), e nitreto de silício (Si_3N_4) (CALLISTER, 2010).

As cerâmicas tradicionais não demandam um controle rígido no processo de produção e isto não compromete a qualidade final do produto. Frequentemente são fabricadas a partir de matéria-prima disponível na natureza: argila, caulim, quartzo, feldspato, filito, talco, calcita e etc.

Como exemplos de cerâmicas tradicionais, podem ser citadas: a cerâmica vermelha (telhas, tijolos, utensílios domésticos e adornos), cerâmicas de revestimento (placas ou ladrilhos para piso, azulejos e pastilhas), cerâmica branca (louça de mesa, louça sanitária e adornos (GOMES, 2021).

De forma geral, os materiais cerâmicos são duros, frágeis e muito suscetíveis à fratura. Porém as propriedades de alta resistência a ambientes agressivos e de alta temperatura (maior que os metais e polímeros), bom isolamento térmico e elétrico, são muito bem vindas em aplicações que demandam estas características (CALLISTER, 2010).

2.2.1 Cerâmicas avançadas

O cenário brasileiro possui intensa atividade de pesquisa em cerâmicas avançadas. Cerca de 45 grupos contidos em universidades e institutos de pesquisa empenham esforço intelectual para o desenvolvimento de novos materiais desta classe. Dentre as instituições de ensino e pesquisa, três formam técnicos cerâmicos e cerca de uma dúzia de engenheiros de materiais com formação em materiais cerâmicos. Já no cenário de pós-graduação, o nível de atividade é de se considerar: cerca de 20 instituições entregam ao mercado mais de 300 mestres e doutores que estão envolvidos em pesquisas de caráter cerâmico (BUSTAMENTE e BRESSIANI, 2000).

As cerâmicas avançadas são materiais produzidos a partir de matéria prima com elevado grau de pureza e sob condições específicas. Ou seja, cada parâmetro na etapa de fabricação é rigidamente controlado a fim de assegurar a qualidade final do produto. Diferente das cerâmicas tradicionais, não possuem silicatos em sua composição. Os cerâmicos de engenharia são produzidos por meio de matéria prima sintética: pós de óxidos, nitretos, boretos e carbonetos (MATENCIO, 2020).

Segundo Rodríguez et al. (2022), as cerâmicas avançadas possuem larga utilização em aplicações estruturais e funcionais. Dentre as propriedades contidas nas cerâmicas de engenharia, podem ser citadas: resistência ao calor, resistência à abrasão, resistência à corrosão e estabilidade dimensional. Estas e muitas outras propriedades possibilitam aplicações em pás de turbinas, motores, selos mecânicos, aquecedores, trocadores de calor, etc. Dentre os materiais cerâmicos mais usados estão a zircônia estabilizada com Ítria, o carbeto de silício, o nitreto de silício e a alumina.

2.2.2 Revestimento de barreira térmica

Revestimentos de Barreira Térmica, também chamados de TBCs (Thermal Barrier Coating) são materiais de natureza refratária aplicados em superfícies metálicas expostas a elevadas temperaturas. O uso deste material não é novidade, pois a indústria aeroespacial já o emprega no revestimento de peças expostas a stress térmico: turbinas, palhetas da turbina, bocais de exaustão e etc. Evidentemente, outros fatores exercem forte influência na eficiência de motores de turbina a gás como o material de construção escolhido, por exemplo. Mas, olhando pela ótica termodinâmica, os TBCs contribuem de forma significativa, pois permitem que as turbinas operem em temperaturas mais elevadas (GUIMARÃES, 2019).

Com uma espessura de 100µm a 1mm, o revestimento TBC em conjunto com o sistema de resfriamento, foi capaz de promover uma redução de 100° a 300°C na temperatura da palheta de turbina, permitindo-a operar acima da sua temperatura de fusão (PADTURE, apud SOUZA, 2017).

Para componentes aeroespaciais é importante conciliar a resistência mecânica e a resistência à corrosão, já que estão expostos a condições de trabalho desta natureza. Peças com revestimentos cerâmicos apresentam melhor resistência à corrosão o que contribui para o seu aumento do tempo de vida útil (LOPES, 2001).

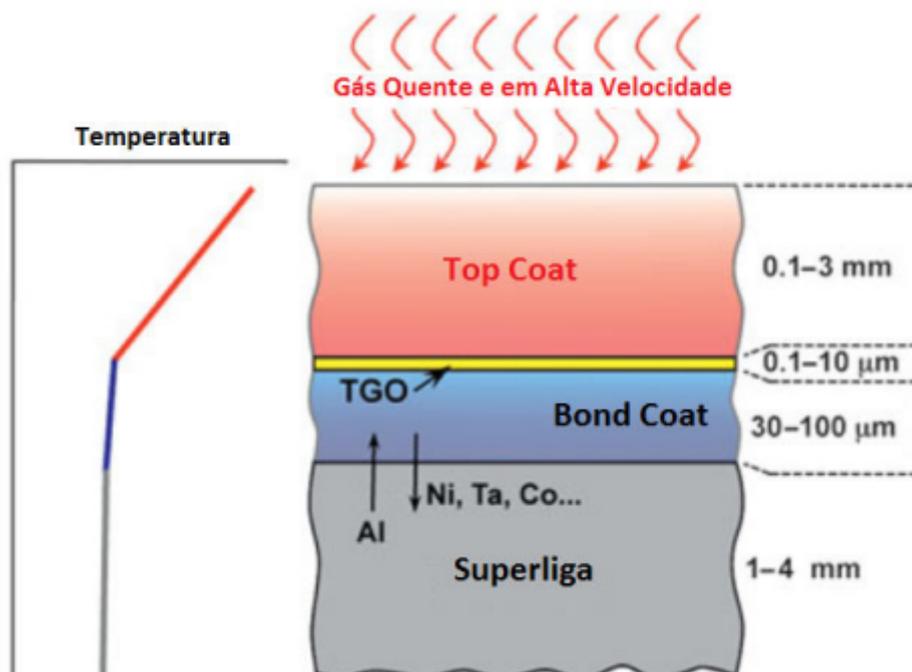
Alguns materiais como: Al_2O_3 , TiO_2 , CaO/MgO+ZrO_2 , zircônia estabilizada com ítria (YSZ – Yttria Stabilized zircônia), $\text{CeO}_2\text{+YSZ}$, zircão e $\text{La}_2\text{Zr}_2\text{O}_7$ foram apontados como bons materiais para TBCs. Estes materiais apresentam as seguintes características: (1) elevado ponto de fusão, (2) estabilidade de fase entre temperatura de trabalho e de operação, (3) baixa condutividade térmica, (4)

estabilidade química, (5) expansão térmica próxima à da peça metálica, (6) boa capacidade de fixação ao substrato (CAO et al., 2004).

A barreira térmica é composta por três camadas: a camada de ligação (Bond Coat), que tem a função de promover resistência à corrosão e aderir o revestimento ao substrato, uma camada de óxido que é resultado do aumento da temperatura (Thermally Grown Oxide – TGO) e a camada superior (Top Coat) composta por um material refratário, que geralmente é um compósito de zircônia (SUNG RYUL CHOI, JOHN W. HUTCHINSON, A.G. EVANS, 1999).

O MCrAlY, que é uma liga de cromo, alumínio e ítrio, é usada como material para a camada Bond Coat. Já o TGO localizado entre a Band Coat e Top Coat, geralmente é formado por óxido de alumina (MARTENA apud SOUZA, 2017). A Figura 3 exibe as partes do revestimento de barreira térmica.

Figura 3 - Revestimento TBC.



Fonte: Adaptado de Clarke, Oechsner e Padture (2012).

2.2.3 Dióxido de zircônio (ZrO₂)

Dentre as cerâmicas avançadas, o óxido de zircônio, ou simplesmente zircônia, é considerado um material de alto potencial para aplicações variadas por apresentar as seguintes propriedades:

- Tenacidade à fratura (a 21 °C): 15 a 18 MPa.m^{1/2} com 6 a 8% em peso de Y₂O₃);
- Baixa condutividade térmica (1,5 a 1,9 W/mK com 6 a 8% em peso de Y₂O₃);
- Elevada resistência à corrosão;
- Elevado ponto de fusão (2680°C);
- Coeficiente de expansão térmico semelhante ao do aço ($\alpha_T=5\sim 10\cdot 10^{-6}K^{-1}$ com 6 a 8% em peso de Y₂O₃).

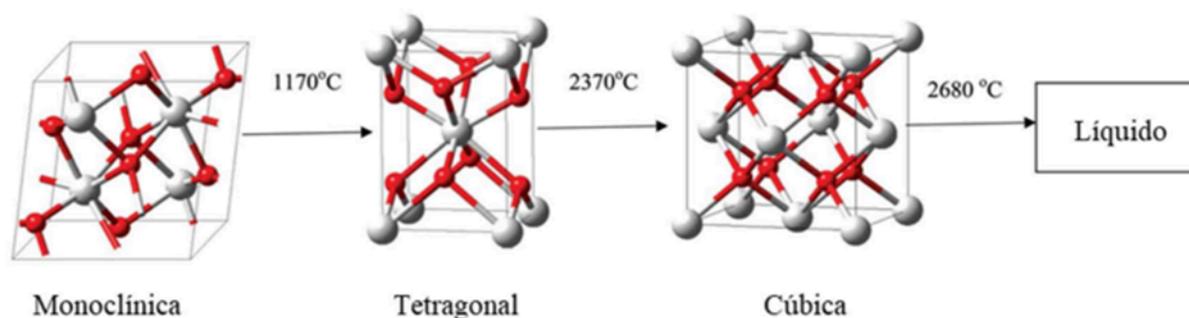
A engenharia se utiliza da ZrO₂ em aplicações estruturais e revestimentos térmicos por ser um material refratário (SCHACHT et al., 1998). Ainda é empregada também em aplicações odontológicas por sua biocompatibilidade (CONSTANTINO, 2021).

A zircônia é extraída principalmente do mineral zircão (ZrSiO₄) também sendo encontrada em menor quantidade na badeleíta. Acima de 1750°C o zircão se decompõe em ZrO₂ e SiO₂. A fusão do zircão é realizada em maior escala por arco elétrico em temperaturas entre 2100-2300°C. Após a separação dos elementos, é possível remover o dióxido de silício e obter a zircônia (CARTER e NORTON, 2007).

No território nacional, existem depósitos de badeleíta que são extraídos para fins comerciais. Este mineral contém além da zircônia, outros elementos contaminantes como a sílica, óxido de ferro e titânia. Apesar disso, ainda é possível produzir zircônia com 99% de pureza mesmo com a presença de háfnio (Hf). Por serem quimicamente semelhantes, a perfeita separação entre Hf e Zr demandam técnicas de custo elevado (CARTER e NORTON, 2007).

A zircônia pura é polimórfica, isto é, apresenta diferentes estruturas cristalinas: monoclinica (estável até 1170°C), tetragonal (até 2370°C) e cúbica que se mantém estável até sua temperatura de fusão que corresponde a 2680°C (WEI et al., 1998). A Figura 4 representa as estruturas cristalinas da zircônia.

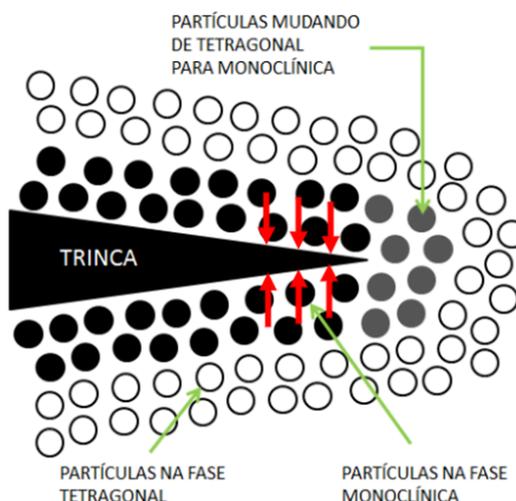
Figura 4 - Polimorfismo da zircônia pura.



Fonte: Gautam et al. (2016).

Na sua condição pura, a zircônia, quando aquecida a temperaturas elevadas de sinterização e posterior resfriamento até a temperatura ambiente, sofre uma transformação martensítica que consiste na transformação de fase reversível da estrutura tetragonal para monoclinica. Esta transformação martensítica é acompanhada por um aumento de volume do material de 3 a 5%, podendo originar trincas tornando-o bastante frágil (MINEIRO e MARQUES, 2016 apud LUCINDO, 2019). Ainda na etapa do resfriamento, a zircônia pura não mantém a estrutura tetragonal, porém retorna à monoclinica com aspecto muito quebradiço. Com o intuito de inibir a transformação martensítica e estabilizar as fases de temperaturas elevadas, outros óxidos são adicionados à zircônia para que então apresente aplicação de engenharia (KURANAGA et al., 2005; LUCINDO, 2019). Óxidos como CeO_2 , Y_2O_3 , MgO e outros óxidos de terra rara já são utilizados como estabilizantes da fase tetragonal da zircônia que apresenta um aumento de tenacidade por transformação. Caso o material cerâmico seja solicitado por uma tensão e possua uma trinca em propagação, as partículas tetragonais transformam-se em partículas monoclinicas. Estas por sua vez, se expandem volumetricamente (3 a 5%) exercendo um esforço de compressão sobre a trinca, que tem sua propagação interrompida conforme a Figura 5.

Figura 5 – Tenacidade induzida por tensão.



Fonte: Adaptada de Zanotto e Migliore (1991).

2.2.4 Dióxido de titânio (TiO₂)

Também nomeado de titânia, o dióxido de titânio tem um alto ponto de fusão (1843°C), podendo ser empregado na indústria de pigmentos, sensores de gás, tratamento de ar ou água poluídos, células fotovoltaicas para produção de hidrogênio e energia, fabricação de antenas, varistores, dispositivos biomédicos, etc (SANTOS et al., 2012). Neris (2014), afirma que este material apresenta boa resistência mecânica, resistência à oxidação e baixa toxicidade em seres humanos o que possibilita seu emprego em vários setores.

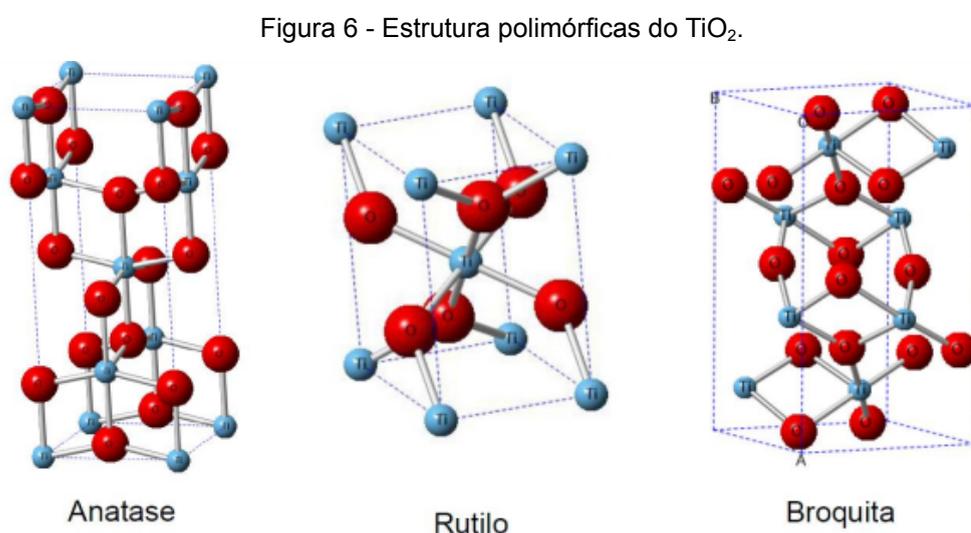
A obtenção da titânia é feita a partir do refinamento dos minérios ilmenita (FeTiO₃), de uma forma perovskita (CaTiO₃) ou do esfeno (CaTiSiO₅) (HEIMANN, 2010). Quanto às suas formas cristalinas, pode assumir o rutilo (tetragonal), a anatase (tetragonal) e a bruquita (ortorrômbico). Somente as fases rutilo e anatase são fabricadas comercialmente.

Tanto a fase anatase e bruquita são metaestáveis à temperatura ambiente e transformam-se em rutilo por meio de aquecimento (temperaturas entre 400-1200°C). Esta temperatura de transformação segundo Sebbowa, (2013) é influenciada pela granulometria, impurezas, dopantes, matérias primas e técnicas de síntese.

O rutilo, que é a única fase estável, pode ser obtido por meio de tratamento térmico destas duas fases. Porém, especificamente a transição de fase anatase-rutilo, não tem uma temperatura de transição precisa, mas sim uma larga faixa de temperatura entre 350-1175°C. Saleiro et al., (2010), contribui com esta linha de entendimento afirmando que esta transformação é influenciada pelo método de preparação da amostra, impurezas ou aditivos presentes e pela natureza da atmosfera utilizada.

Com relação à sua atuação no óxido de zircônia, Troitzsch (2006), contribui dizendo que o óxido de titânio é um dopante de grande utilidade para a transição de fase tetragonal-monoclínica do óxido de zircônio.

A diferença entre os polimorfos do TiO_2 são os comprimentos e os ângulos das ligações entre o titânio e o oxigênio, como também os diferentes arranjos octaédricos de TiO_6 na formação da rede cristalográfica (D'AIESIO, 2013). A Figura 6 expõe as três estruturas cristalográficas.



Fonte: Borges (2015).

2.2.5 Óxido de lantânio (La_2O_3)

O óxido de lantânio é um sólido branco, sem odor, que não se dissolve em água, mas sim em ácido diluído. Possui ponto de fusão igual a 2315°C e 4200°C de ebulição com estrutura hexagonal.

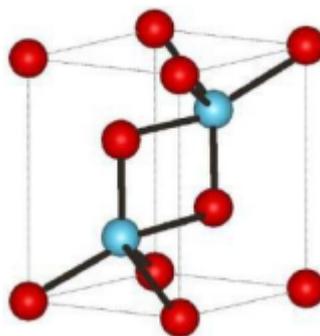
Quanto à sua aplicabilidade, é vastamente usado na indústria e pesquisas laboratoriais. Seu emprego inclui a fabricação de vidros óticos, conferindo-lhes aumento da densidade e dureza, durabilidade química, resistência mecânica e resistência ao ataque de álcalis. Materiais piezoelétricos e termoelétricos têm em sua composição o La_2O_3 , como também os conversores de gases de escape de automóveis. Além disso, possuem utilidade em telas que intensificam imagens de raios-X, fósforos e cerâmicas avançadas (CAO et al., 2005).

Por ser um material refratário, são utilizados na fabricação de cerâmicos supercondutores, cerâmicas dielétricas e condutoras (CAO et al. 2005; Lima, 2007).

O lantânio apresenta ductilidade, maleabilidade e grande capacidade de reatividade entre os ETRs. Os minérios que possuem lantânio são a bastnasite, a cerite e a alanite.

A Figura 7 exemplifica o arranjo atômico do óxido de lantânio. As esferas azuis representam os átomos de lantânio e as vermelhas os de oxigênio.

Figura 7 - Estrutura atômica da lantânia.



Fonte: Zhao (2010).

2.3 COMPÓSITOS CERÂMICOS

O compósito é um material multifásico que apresenta uma proporção considerável das propriedades de cada fase constituinte (CALLISTER, 2010). Shackelford (2008), afirma que o compósito é o produto de alguma combinação de dois ou mais materiais de natureza metálica, cerâmica e polimérica. O material compósito mantém as propriedades atrativas e originais de cada componente, mas, quando reunidos, dão origem a propriedades superiores a cada elemento.

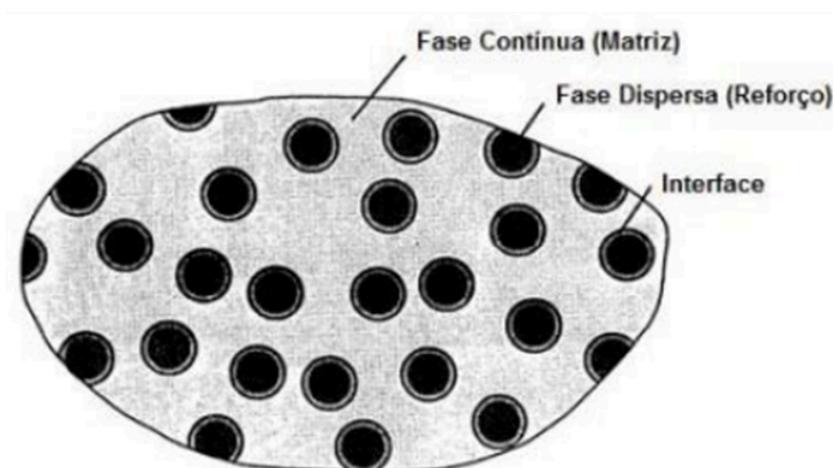
Ainda segundo Kaw (2006), as fases constituintes do compósito não são solúveis uma na outra e são denominadas de fase de reforço (ou fase dispersa) e matriz. A fase de reforço tem como função principal suportar os esforços aplicados, enquanto que a matriz é responsável por ligar os reforços uns aos outros, transferir e distribuir os esforços à fase de reforço. Uma menor carga aplicada é suportada pela matriz. Outra função inerente à matriz é a de proteger a fase dispersa contra danos superficiais motivados por abrasão mecânica e reações químicas com o ambiente (CALLISTER, 2010).

Os materiais cerâmicos por natureza são resistentes à oxidação e à deterioração em elevadas temperaturas; caso a fragilidade também não fosse da natureza destes alguns dos materiais cerâmicos poderiam ser fortemente aplicados em operações que demandam elevadas temperaturas e tensões severas como os componentes de automóveis e turbinas aeronáuticas a gás (CALLISTER, 2010).

A tenacidade à fratura das cerâmicas tem sido aperfeiçoada de forma apreciável pelo advento dos compósitos de matriz cerâmica (CMC – ceramic-matrix composites) (CALLISTER, 2010).

Kaw (2006), diz que os CMCs são dotados de uma matriz cerâmica (zircônia, alumina e etc) reforçadas por fases dispersas capazes de aumentar a tenacidade à fratura do material, tornando-o útil em condições de serviços onde há cargas de impacto e tração, evitando que falhem de forma catastrófica. A Figura 8 traz o esquema de um material compósito.

Figura 8 - Ilustração de um material compósito.



Fonte: Pereira (2017).

2.3.1 Processamento de materiais cerâmicos

As propriedades dos materiais são fortemente influenciadas pela morfologia das partículas sólidas. O tamanho, forma, grau de aglomeração, pureza das matérias primas bem como os métodos de processamento, refletem diretamente na qualidade final do produto (SUN et al., 2019).

2.3.2 Moagem

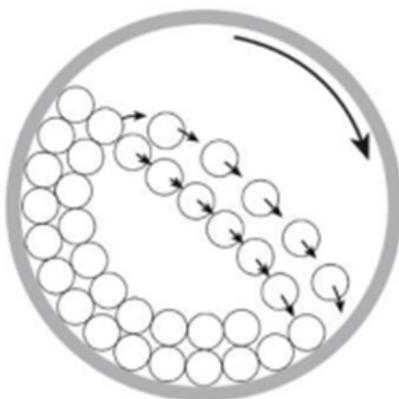
A etapa de moagem tem como objetivos homogeneizar e diminuir os pós cerâmicos. Através deste processo, ocorre o aumento da energia de superfície específica a qual melhora a velocidade de reação dos multicomponentes RIBEIRO, 2001; SOUSA, 2013). Costa (2004) e Monteiro (2016), ainda contribuem afirmando que, os insumos das etapas de processamento de cerâmicas avançadas precisam apresentar características químicas, físicas e morfológicas apropriadas quando se espera um produto de boa qualidade. Esse processo pode ser feito por um moinho que exerce sobre os pós, forças de tração, compressão, cisalhamento e de impacto. A diminuição da granulometria é uma característica muito bem vinda à produção das cerâmicas, principalmente na etapa da sinterização, pois quanto menor forem as partículas, mais reativas serão, irão exigir temperaturas mais baixas de sinterização, proporcionando uma melhor microestrutura (DOMINGUES, 2020).

O moinho de bolas é vastamente usado na etapa de moagem. A rotação do moinho promove a colisão entre as esferas, quebrando gradativamente os pós constituintes. O equipamento é compreendido por um recipiente em forma de cilindro, denominado de jarra ou tambor feitos a partir de chapas de aço. A maioria das jarras possuem revestimentos internos com placas de aço ou borracha. Com relação às esferas, são feitas de materiais como a porcelana e a alumina, podendo ocupar de 30 a 50% do volume da jarra. A equação 1 expressa a quantidade de bolas a serem utilizadas.

$$P = V \times db \times p \times 0,6 \quad (1)$$

Onde P refere-se à quantidade de bolas (kg), V é o volume da câmara de moagem (L), ρ_b é o peso específico das esferas (Kg/L) e p é a taxa de ocupação aparente das bolas (0,50- 0,55 da capacidade total da câmara) (RÊGO, 2012). A Figura 9 ilustra o funcionamento do moinho.

Figura 9 - Giro do moinho de bolas em torno do seu eixo.



Fonte: Carter e Norton (2007).

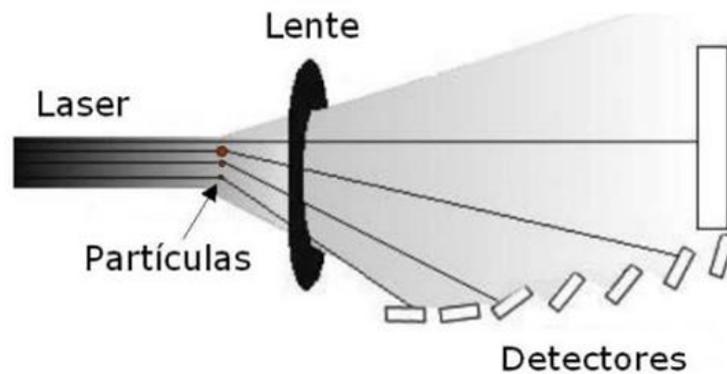
2.3.3 Análise de tamanho de partículas

A distribuição e a homogeneidade do tamanho de partícula exerce forte influência nas etapas de produção, como por exemplo a compactação, sinterização, microestrutura e na propriedade mecânica final do material. Diante disto, evidentemente a resistência mecânica, densidade, condutibilidade térmica e elétrica, dentre muitas outras propriedades são afetadas pela distribuição do tamanho de partículas.

A técnica de análise de tamanho de partículas por difração de laser é bastante empregada por ser de fácil operação, rápida e por sua amplitude de leitura. Por meio desta técnica, as partículas são dispersas num fluido em movimento causando descontinuidades no fluxo do fluido, que são detectados por uma luz que incide, e que estabelece uma relação com o tamanho das partículas. Ao atingir as partículas, a luz incidida apresenta quatro distintos fenômenos (difração, refração, reflexão e absorção), formando assim um invólucro de luz nas três dimensões. Tanto o formato quanto o tamanho deste invólucro são influenciados pelo índice de refração relativo da partícula no meio dispersante, pelo comprimento de onda da luz, e pelo tamanho

e formato da partícula. De maneira estratégica, detectores são posicionados para medir a intensidade e o ângulo da luz espalhada. Por fim, o sinal dos detectores é alterado para a distribuição de tamanho de partícula por meio de cálculos matemáticos (ALLEN, 1997). A Figura 10 mostra o princípio de funcionamento da análise.

Figura 10 - Difração laser durante a análise do tamanho de partículas.



Fonte: França (2007).

2.3.4 Compactação dos pós

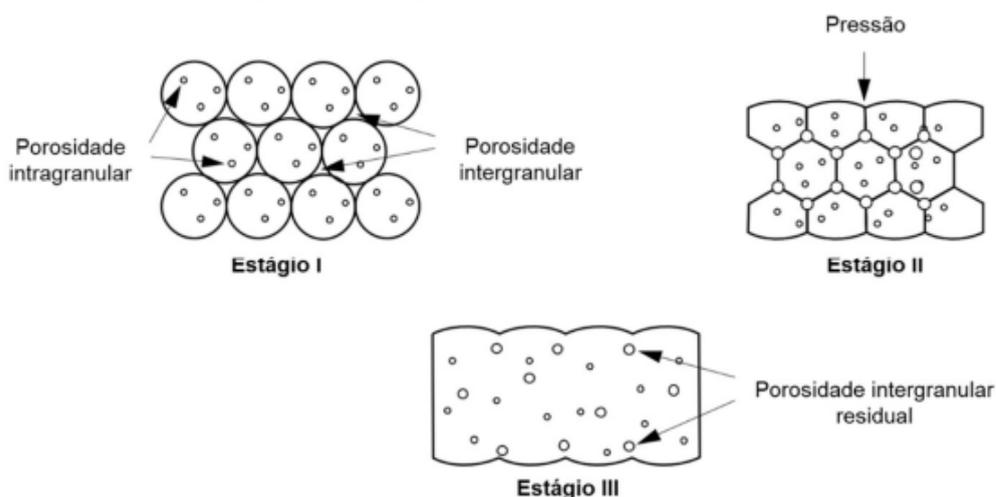
Muitos processos podem ser adotados quando se deseja formar uma peça cerâmica. Dentre os mais utilizados, podem ser citados a colagem, extrusão e prensagem. Na colagem utiliza-se a barbotina que é despejada num molde de caráter poroso. Após um tempo determinado ocorre a formação de uma camada de espessura pré definida. O excesso de barbotina é drenado e a água é absorvida pelo molde poroso que dá forma à peça crua. Esse método, segundo Vlack (1984), permite fabricar peças de formatos complexos.

No processo de extrusão, a massa plástica é compactada por um pistão ou eixo helicoidal em direção ao bocal de formato desejado. Após este processo, dar-se

origem a uma coluna extrudada que posteriormente é cortada nas dimensões escolhidas. Este processo é muito usado na fabricação de tijolos, blocos e etc.

A fabricação por prensagem está relacionada à aplicação de pressão a um pó cerâmico depositado dentro de uma matriz rígida ou molde flexível. A prensagem é a técnica mais presente na produção de materiais cerâmicos, pois exige baixo custo e permite larga escala de produção. O objetivo é reduzir a porosidade inicial da peça e aproximar ao máximo os aglomerados (VLACK,1984). A pressão aplicada aos pós, forma uma ligação frouxa entre eles, conferindo ao compactado verde pequena resistência mecânica para ser manejado. Os estágios da compactação podem ser entendidos através da Figura 11.

Figura 11 - Estágios da compactação do pó.



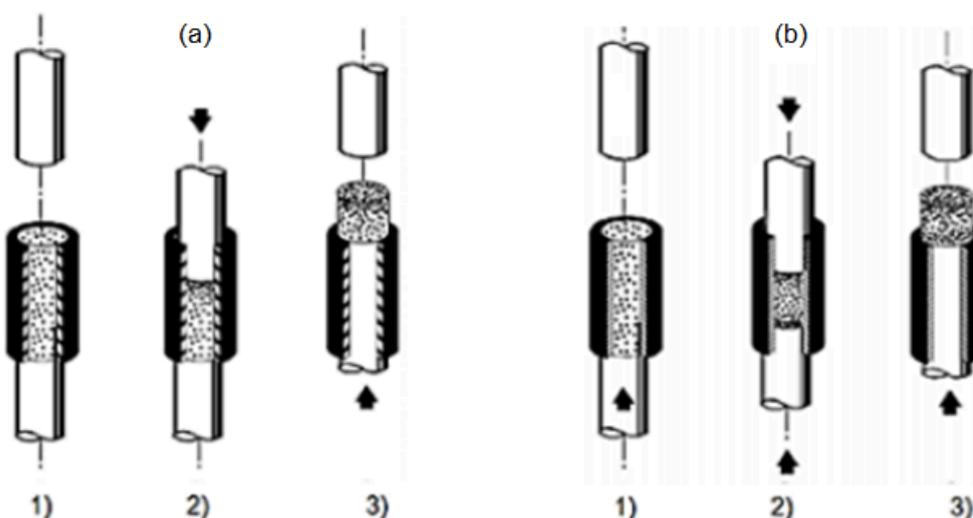
Fonte: Adaptado de Fiocchi (2014).

No estágio I ocorre a redução dos poros intergranulares em virtude do empacotamento e rearranjo dos grânulos. O estágio II é caracterizado pela deformação elástica ou fratura dos grânulos devido à aplicação da pressão. Nesta fase, a redução dos poros é quase que integral, pois ocorre a maior parte da conformação dos pós. No estágio III, a densificação apresenta um pequeno aumento decorrente da eliminação da porosidade intragranular motivada pelo deslizamento, rearranjo e fratura dos pós (SANTOS, 2011).

Existem três métodos para a prensagem dos pós: prensagem uniaxial, prensagem isostática a frio e prensagem isostática a quente. A prensagem uniaxial é

classificada em uniaxial de simples ação ou de dupla ação. Na de simples ação, o punção inferior e a matriz permanecem imóveis enquanto a carga é aplicada pelo punção superior. Na de dupla ação, a carga é aplicada em ambos os sentidos, ou seja, tanto pelo punção superior quanto pelo inferior. Este segundo método de prensagem é mais adequado para a compactação de peças de espessuras maiores. A Figura 12 exemplifica como se dá o processo.

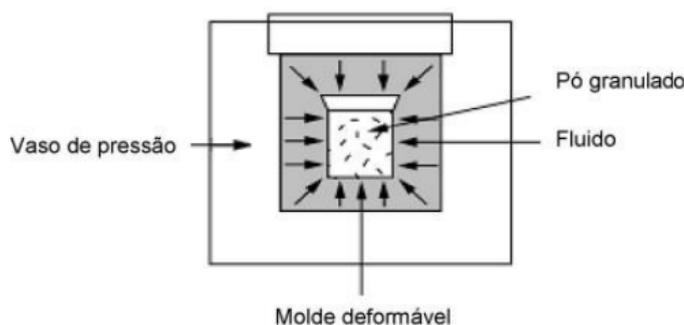
Figura 12 - Métodos de compactação: (a) simples ação e (b) dupla ação.



Fonte: Adaptado de Fiocchi (2014).

A prensagem isostática a frio consiste na compactação de um pó inserido num compartimento flexível que pode ser de borracha. Este compartimento é colocado em um vaso com fluido hidráulico que exerce pressão na superfície do invólucro de borracha após o fechamento do vaso. A pressão é aplicada de maneira uniforme em todas as direções, produzindo o compactado verde. A diferença na compactação isostática a quente, é que nesta ocorre simultaneamente a compactação e a sinterização num único procedimento (GOMES, 2016 e DOMINGUES, 2023). A Figura 13 apresenta o processo da prensagem isostática a frio.

Figura 13 – Prensagem isostática a frio.



Fonte: Sousa (2019).

2.3.5 Sinterização

A sinterização é uma etapa de grande importância na fabricação de materiais cerâmicos, a qual é empregada também nos metálicos. Segundo Rahaman (1995), é o processo em que o compactado verde adquire aumento de sua densidade e resistência mecânica. Afirma que este processo termicamente ativado ocorre abaixo da temperatura de fusão do elemento principal (entre 50% a 80%).

Shaw (1989), declara que a sinterização pode ser entendida como um processo em que os pós compactados, são tratados termicamente a fim de formar um sólido coerente. Para German (1994), esta etapa consiste na consolidação de um material formado por partículas de pó, onde ocorre um tratamento térmico a fim de unir partículas em uma estrutura sólida por meio de transporte de matéria que acontece em proporções atômicas.

Vários fatores precisam ser considerados durante a sinterização, pois exercem influência neste processo. Fatores como: tempo e taxa de aquecimento, atmosfera de sinterização, tamanho das partículas, composição química do material e a densidade do compactado verde (ROCHA, 2011).

O processo de sinterização pode ser classificado em dois tipos: sinterização em fase líquida e sinterização em fase sólida. No primeiro caso, existe a presença de um líquido formado pela fusão de um dos constituintes ou pela reação de pelo menos dois constituintes do pó compactado. O líquido molha a fase sólida e penetra nos contatos entre as partículas rearranjando-as e cooperando para o aumento da densidade do corpo cerâmico. O líquido é capaz de preencher os poros intragranulares e intergranulares contidos no material, facilitar o transporte de matéria e as reações químicas entre o líquido e as partículas sólidas. No momento

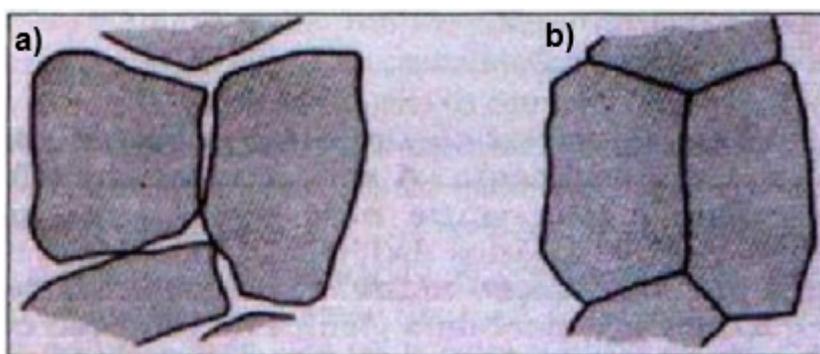
em que o material resfria, a fase líquida se solidifica unindo o conjunto de partículas. Uma das vantagens deste tipo de sinterização é a maior rapidez e homogeneidade microestrutural. Pode ser empregada na fabricação de porcelanas, ferramentas de corte com carvão de silício, peças automotivas e cerâmicas refratárias (RAHAMAN, 1995; SILVA, 1998; SUZUKI e MATSUBARA, 1999).

Na sinterização em estado sólido, o material é transportado sem a presença de nenhum líquido na composição, pois a temperatura de sinterização não atinge o ponto de fusão de nenhum dos constituintes. Portanto, os poros são preenchidos por meio do transporte de matéria (mecanismos de difusão) fazendo com que a densidade do corpo cerâmico se eleve.

Um átomo que se encontra na superfície de um cristal apresenta um nível energético elevado denominado de energia livre e está relacionada à sua área de superfície. O que contribui para o processo de sinterização (força motriz) é a redução da energia total do sistema decorrente da diminuição da área superficial total.

Esta diminuição da área superficial é motivada pelo crescimento de grão e pela eliminação da interface sólido/vapor. Então, o pó mais fino contribui para a força motriz da sinterização pois, quanto menor a partícula, maior a energia de superfície disponível a ser reduzida (ARAÚJO, 2015). A Figura 14 representa o esquema do processo de sinterização em fase sólida. Inicialmente os particulados com superfícies de contorno de alta energia e depois a junção dos mesmos em contorno com nível menor de energia.

Figura 14 - Sinterização em estado sólido (a) particulados antes da sinterização (b) particulados após sinterização.



Fonte: Lapa (2004).

O processo de sinterização em fase sólida pode ser entendido por meio de três estágios: inicial, intermediário e final:

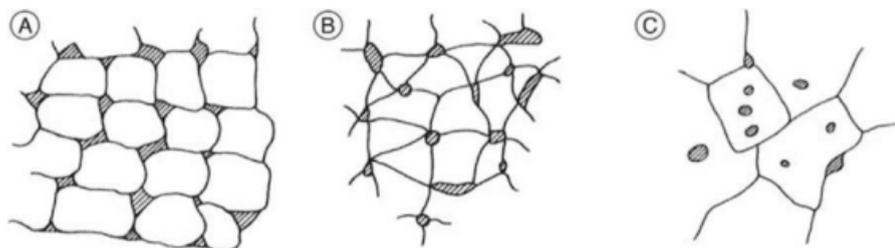
a) Estágio inicial – ocorre o crescimento rápido do pescoço entre as partículas, a separação dos centros dos particulados diminui de forma pequena, diminuição da porosidade aberta e da área superficial mas sem um crescimento apreciável das partículas. A retração a nível macroscópico é muito pequena.

b) Estágio intermediário – Nesta etapa ocorre a densificação do compactado e crescimento de grãos do material. O canal de poros é fechado em virtude do crescimento do pescoço e novos pontos de contato se formam devido ao fechamento do poro.

c) Estágio final – A porosidade total é menor do que 10%, ocorre a diminuição da velocidade de sinterização, a retração da peça é muito pequena em comparação ao estágio intermediário e os poros restantes ficam isolados.

A Figura 15 ilustra os estágios de sinterização já mencionados. Onde “A”, “B” e “C”, referem-se ao estágio inicial, intermediário e final, respectivamente.

Figura 15 - Estágios de sinterização.



Fonte: Danninger; Oro Calderon; Gierl-Mayer (2017).

2.4 MICROESTRUTURAS DAS CERÂMICAS

Dois tipos de estruturas são importantes no entendimento das propriedades dos materiais. A primeira encontra-se em escala atômica: tipo de ligação e estrutura cristalina. O segundo tipo de estrutura está em maior proporção: a microestrutura (RAHAMAN, 1995).

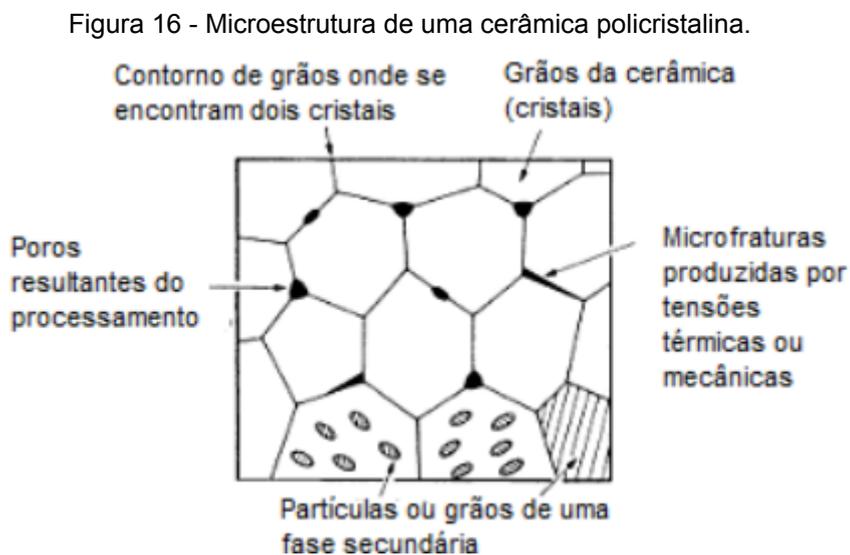
As microestruturas são compreendidas pelo tipo, quantidade e composição das fases presentes, bem como pela forma, tamanho, distribuição e orientação dos grãos. Na pesquisa dos materiais cerâmicos, o estudo da microestrutura é importante para compreender diferentes propriedades e então direcionar o material para aplicações mais assertivas. Amostras de um material de mesma composição química e submetido aos mesmos processos de fabricação, podem apresentar, por exemplo, resistência à fratura mais elevada em relação à outra. Esta diferença pode ser entendida pela observação da microestrutura: poros presentes, morfologia dos grãos, homogeneidade e etc (BRAGANÇA e BERGMANN, 2004).

É válido diferenciar as propriedades que são inerentes ao material das que dependem da microestrutura. As propriedades intrínsecas ao material, são determinadas pela estrutura atômica e não são propensas a alterações expressivas por modificação na microestrutura. Dentre essas propriedades se têm: ponto de fusão, módulo de elasticidade e a fragilidade. Em contrapartida, muitas propriedades úteis à engenharia dos materiais são influenciadas pela microestrutura. Estas propriedades podem ser: resistência mecânica, condutividade elétrica, capacidade dielétrica, dentre outras (RAHAMAN, 1995). Bragança e Bergmann (2004), afirmam que a temperatura de queima, diâmetro da partícula e composição das matérias-primas, são fatores que exercem muita influência na microestrutura de materiais cerâmicos.

Com relação às cerâmicas policristalinas, fabricadas por sinterização em estado sólido, as microestruturas são formadas por grãos, contorno de grãos, poros, microfissuras e partículas de fases secundárias. A porosidade e as microfissuras têm efeito negativo no material pois atuam como concentradores de tensão, diminuindo a capacidade do material de suportar solicitações mecânicas. A propagação de trincas é um problema comum aos cerâmicos pois não apresentam capacidade de absorver energia como os metais dúcteis (SMITH, 1998; CALLISTER, 2007).

Com esta característica frágil dos materiais cerâmicos, a ruptura é o mecanismo mais presente na grande parte desta classe (VAN VLACK, 1984). A

Figura 16 exemplifica o que em geral se espera de uma microestrutura de uma cerâmica policristalina.



Fonte: Ashby e Jones (2007).

2.5 PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS CERÂMICAS

As propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos em geral são obtidas por testes de flexão (em 3 ou 4 pontos) onde os corpos de provas apresentam formato retangular ou cilíndrico. Propriedades como o módulo de elasticidade e o módulo de ruptura são determinados neste tipo de ensaio. Quanto à tenacidade à fratura, os ensaios de dureza são comuns na avaliação da resistência do material à propagação de trincas (CARTER e NORTON, 2007; COSTANTINO, 2021). Ainda é possível calcular a resistência à tração pelo ensaio de compressão diametral, também denominado de ensaio brasileiro (JÓSEN, HAGGBLDD e SOMMER, 2007).

2.5.1 Ensaio de tenacidade

Meyers e Chawla (1946), definem tenacidade à fratura como a resistência contra propagação de uma trinca que pode ser quantificada. Para Padilha (2000), a tenacidade é a habilidade do material em resistir à propagação instável de trincas,

quando solicitado a um carregamento estático. Um parâmetro bastante empregado para medir a tenacidade à fratura é o fator intensificador de tensão (K_{IC}).

2.5.1.1 Modos de falha

Segundo Meyers e Chawla (1946) e Bicalho (2019), a fratura pode ser classificada sob três aspectos:

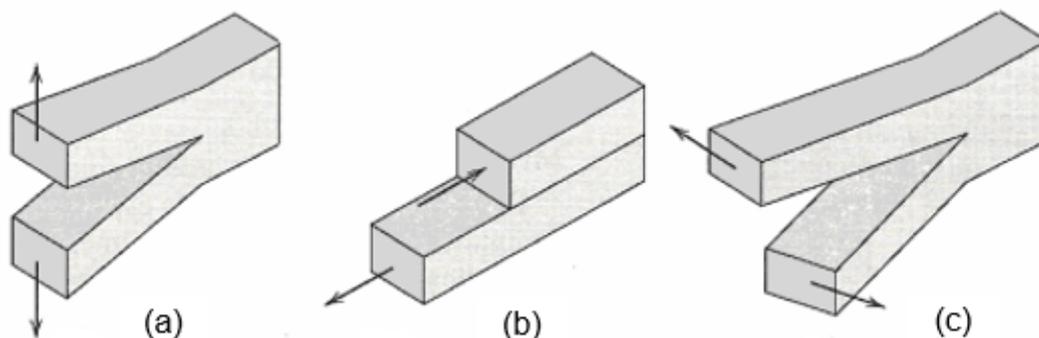
- (i) Quanto ao tipo: dúctil, frágil, por fluência ou por fadiga;
- (ii) Tipo de carregamento: estático ou dinâmico;
- (iii) Forma de propagação da fratura: modo I , modo II e modo III.

Modo I : denominado de modo de abertura. A tensão de tração é normal às faces da trinca.

Modo II : chamado de modo de deslizamento ou cisalhamento dianteiro. A tensão de cisalhamento é normal à aresta que avança.

Modo III: chamado de modo de rasgamento ou cisalhamento transversal. A tensão de cisalhamento atua em direção paralela à aresta que avança. A Figura 17 representa os três modos de fratura.

Figura 17 - Modos de fratura (a) modo de abertura (b) modo de deslizamento (c) modo de rasgamento .



Fonte: Lawn e Wilshaw (1975).

2.5.2 Cálculo do K_{IC} pelo método da indentação

Para determinar a tenacidade à fratura (K_{IC}) de um material, o método da indentação é comumente usado. O procedimento pode ser feito por meio de ensaios de dureza Vickers pelo emprego de um microdurômetro. Neste procedimento, uma impressão é feita com penetrador Vickers com cargas suficientes para gerar trincas na superfície da amostra. Fernandes, (2007) sugere cargas entre 9,8-19,6N com amostras polidas e faces paralelas à base.

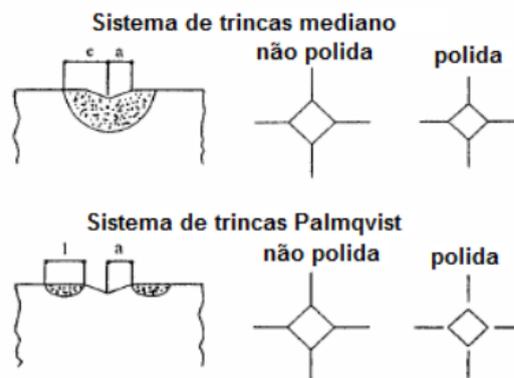
No momento da indentação, esforços de tração são gerados pelo penetrador que podem formar trincas em materiais frágeis, onde o comprimento dessas trincas é medido e usado para calcular a tenacidade à fratura (MEYERS; CHAWLA, 2009).

As trincas são geradas por meio de uma relação de equilíbrio do contato elástico-plástico do indentador Vickers com a amostra ensaiada. Por vezes as trincas são geradas durante a penetração, mas também no momento em que ocorre o descarregamento. As tensões elásticas causam tensões de compressão durante a penetração, mas existem deformações plásticas criando resíduos de tensões no descarregamento. Caso esta tensão residual for uma componente de tração, haverá a formação da trinca.

As trincas podem ser do tipo Half-Penny (sistema de trincas mediano) que se desenvolvem abaixo do indentador, ou do tipo Palmqvist que se propagam na superfície do material (BICALHO, 2009).

Uma forma simplificada de perceber visualmente a diferença entre as trincas half-Penny e Palmqvist é por meio do polimento da superfície das amostras após a indentação. As trincas “Half-Penny” mostram-se unidas aos vértices da diagonal. Já as do tipo Palmqvist se separam da diagonal como se vê na Figura 18 (GONG, 1999).

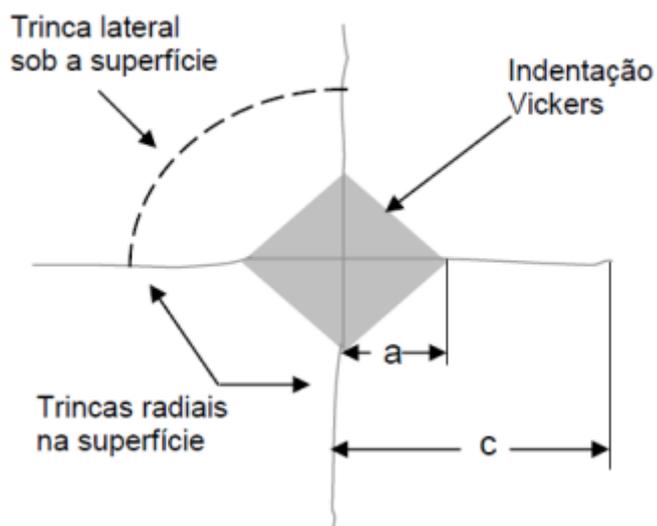
Figura 18 - Diferença entre trincas Half-Penny (sistema de trincas mediano) e trincas Palmqvist.



Fonte: Gong (1999).

Outra forma de diferenciar os tipos de trincas é pela razão entre o comprimento da trinca e da indentação. De acordo com Wang, J. et al., (1989) fundamentado em pesquisas desenvolvidas por Niihara et al., (1982) a trinca Palmqvist é notada quando c/a for menor que 2,5 e a trinca Half-penny quando c/a for maior que 2,5. A Figura 19 mostra a impressão feita pelo penetrador Vickers.

Figura 19 - Impressão do indentador Vickers.



Fonte: Moraes (2004).

Determinar o comprimento da trinca e selecionar uma fórmula dentre muitas disponíveis para o cálculo de K_{IC} é uma dificuldade contida nesta técnica. As equações empíricas são divididas em três grupos:

- (i) Trincas do tipo Half-Penny formadas pelo indentador Vickers, também denominadas de radial/mediana,
- (ii) Trincas do tipo Palmqvist;
- (iii) Equações que são determinadas diretamente pela observação dos dados da indentação e da fratura das amostras.

A Tabela 1 expõe as equações usadas para o cálculo de K_{IC} usando a técnica de indentação Vickers.

Tabela 1 - Equações para calcular a tenacidade à fratura pelo método da indentação Vickers.

Sistema de trincas	Equação proposta	Autor
Half-Penny	$K_c = 0,129 \left(\frac{c}{a}\right)^{-\frac{3}{2}} \left(\frac{H_v}{E\Phi}\right)^{-\frac{2}{5}} \left(\frac{H_v a^{\frac{1}{2}}}{\Phi}\right)$	Niihara et al. (1982) (2)
Half-Penny	$K_c = 0,0752 \left(\frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}\right)$	Evans e Charles (1976) (3)
Half-Penny	$K_c = 0,014 \left(\frac{E}{H_v}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}\right)$	Lawn et al. (1975) (4)
Half-Penny	$K_c = 0,016 \left(\frac{E}{H_v}\right)^{\frac{1}{2}} \left(\frac{P}{C^{\frac{3}{2}}}\right)$	Antis et al. (1981) (4) (5)
Palmqvist	$K_c = 0,079 \frac{P}{a^{\frac{3}{2}}} \log \left(4,5 \frac{a}{c}\right)$	Evans e Wilshaw (1976) (6)
Palmqvist	$K_c = 0,035 \left(\frac{1}{a}\right)^{-\frac{1}{2}} \left(\frac{H_v}{E\Phi}\right)^{-\frac{2}{5}} \left(\frac{H_v a^{\frac{1}{2}}}{\Phi}\right)$	Niihara et al. (1982) (7)

Fonte: Adaptado de Sergejev e Antonov(2006).

Onde:

K_{Ic} = tenacidade à fratura do material (Mpa. m^{1/2});

P = carga aplicada (N);

E = módulo de elasticidade (Mpa);

a = comprimento médio das diagonais da indentação (m);

l = comprimento médio da trinca (m);

$c = l + a$;

H_v = dureza Vickres do material (GPa);

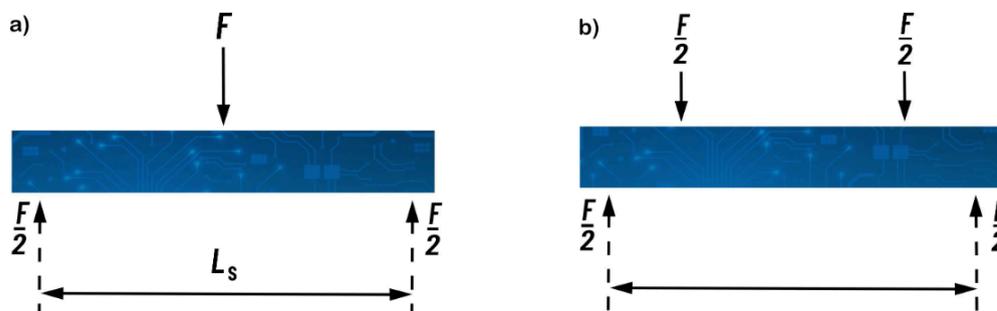
$\Phi \approx 3$ (constante).

2.5.3 Ensaio de flexão

Garcia (2000) afirma que o ensaio de flexão é amplamente usado em materiais frágeis ou de dureza relativamente alta: ferro fundido, aços rápidos e cerâmicos. A baixa ductilidade destes materiais torna a utilização de outros ensaios mecânicos, como por exemplo, o de tração, muito dificultosa.

O ensaio de flexão apresenta três modalidades, sendo a primeira a mais utilizada: o ensaio de flexão em três pontos, o de quatro pontos e o método engastado. No ensaio de flexão em três pontos, é utilizada uma barra biapoiada com aplicação de carga no centro da distância entre os apoios. No ensaio de flexão em quatro pontos, é usada uma barra biapoiada na qual é aplicada a carga por dois pontos, resultando em quatro pontos de carga. Já no método engastado, basicamente uma extremidade do corpo de prova é engastada, enquanto que a outra é solicitada pela aplicação de uma carga (GARCIA, 2000). A Figura 20 exemplifica o esquema do ensaio de flexão em três e quatro pontos.

Figura 20 - Ensaio de flexão a) flexão em três pontos e b) flexão em quatro pontos.



Fonte: Biopdi (2023).

O ensaio consiste em apoiar o espécime com dimensões conhecidas sob duas barras com distância L entre elas. Uma dada carga de flexão é aplicada gradativamente até que o material ensaiado frature (SOUZA, 1982). No ensaio é possível mensurar os valores de carga versus deformação, como também a flecha (V) que representa a distância entre os pontos onde se aplicou a tensão. Para o cálculo do módulo de elasticidade (E) e da resistência à flexão (σ_f) em um corpo de prova retangular, são utilizadas as respectivas equações.

$$E = \frac{L^3 F}{4bh^3 \delta} \quad (8)$$

$$\sigma_f = \frac{3FL}{2bh^2} \quad (9)$$

Onde:

F = carga de fratura (N);

L = distância entre os apoios (mm);

σ = deflexão medida (mm);

h = largura do corpo de prova (mm);

b = espessura do corpo de prova (mm).

2.5.4 Ensaio de compressão diametral

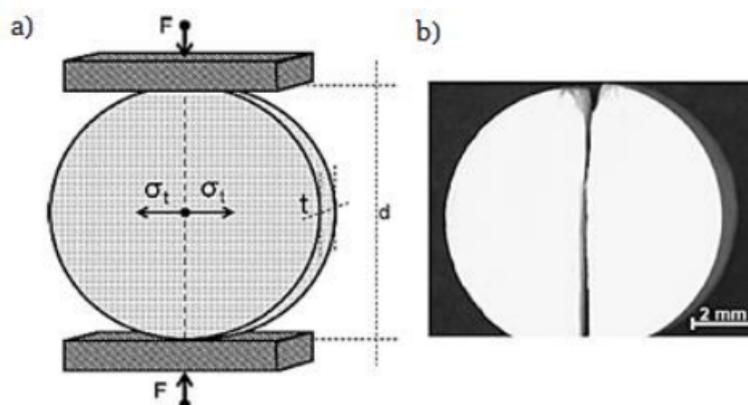
A resistência à tração é um parâmetro de grande importância na caracterização mecânica de um material como, por exemplo, o cerâmico. Diferentes métodos são utilizados para a obtenção desta propriedade que, dependendo do material, podem envolver técnicas empíricas com resultados de difícil interpretação (LUONG, 1990).

Quantificar a resistência à tração pelo ensaio padrão em materiais cerâmicos é uma tarefa inviável, pois, os defeitos inerentes a esta classe de materiais os podem levar à fratura bem antes do ensaio ser iniciado (BALÇA, 2022).

A fim de ultrapassar esta dificuldade e calcular a resistência à tração dos cerâmicos surgiram os ensaios de tração indireta: flexão (já discutido) e o de compressão diametral. Balça (2022), Jósen, Häggblad e Sommer (2007) utilizaram o ensaio de compressão diametral para calcular a resistência à tração de compósitos multifásicos de zircônia para aplicações termomecânicas aeronáuticas e de um compactado verde de pó metálico, respectivamente.

Também chamado de ensaio brasileiro, referente ao engenheiro brasileiro Fernando Lobo Carneiro, pioneiro do método, a técnica de compressão diametral permite que a resistência à tração seja obtida de forma indireta. O ensaio consiste em aplicar cargas de compressão num disco cilíndrico por meio de duas placas planas até que o corpo de prova frature e é executado de acordo com as prescrições da norma NBR 7222 (ABNT, 2011). As cargas de compressão produzem tensões de tração perpendiculares ao esforço de compressão. A tração é máxima e praticamente constante ao longo do diâmetro. Balça (2022), ainda afirma que a ruptura por tração acontece ao longo do plano diametral de tal forma que o corpo de prova frature em duas peças semelhantes, conforme a Figura 21.

Figura 21 - Esquema do ensaio de compressão diametral a) posicionamento do corpo de prova antes do ensaio e b) corpo de prova fraturado após o ensaio.

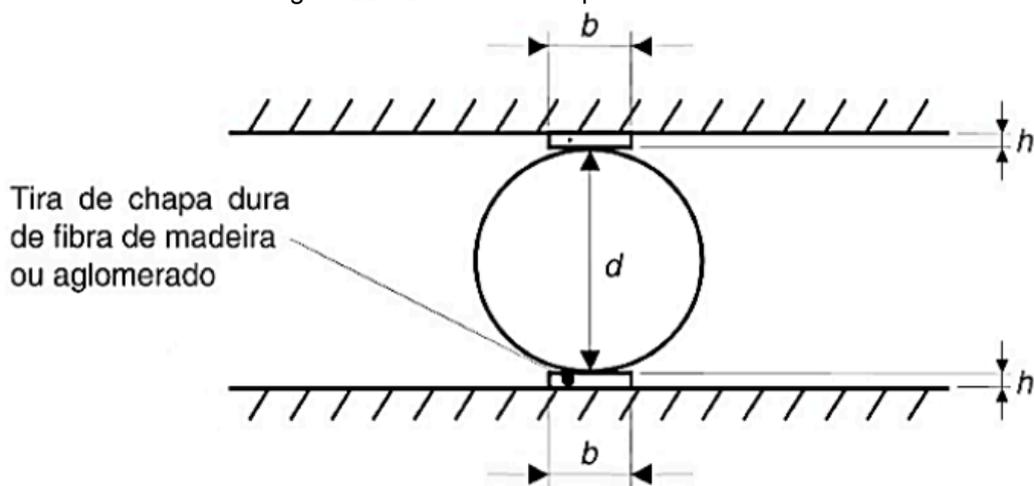


Fonte: Páez e Carrodegua (2014).

Para garantir que o corpo de prova fracture por tração, é importante que um comprimento máximo do diâmetro esteja solicitado por carregamento de tração de tal forma que, as tensões de compressão e cisalhamento presentes abaixo da área de carregamento sejam as mínimas possíveis. Ou seja, a distribuição de carga nas superfícies do espécime é de grande importância em relação à diminuição das tensões de compressão e de corte para que a tensão predominante seja a de tração. Se porventura o corpo de prova apresenta tendência de fraturar por tensões de corte, é possível introduzir entre a amostra e os pratos da prensa, um material fino e macio para uma homogênea distribuição da carga (BALÇA, 2022).

A NBR 7222 (ABNT, 2011) recomenda a utilização de tiras de chapa dura de madeira ou aglomerados, também nomeadas de “taliscas” para melhor distribuição das cargas do carregamento ao longo das duas linhas de contato com os pratos do dispositivo de ensaio. O comprimento das taliscas deve ser igual ou superior à geratriz de contato, largura (b) igual a $15 \pm 1\%$ em relação ao diâmetro (d) do corpo de prova e espessura (h) igual a $3,5 \pm 0,5$, milímetros. O esquema pode ser visto na Figura 22.

Figura 22 - Ensaio de compressão diametral.



Fonte: NBR 7222 ABNT (2011).

Balça (2022), afirma que para manter as condições de tensão plana, a espessura dos discos cilíndricos não deve ser maior que um quarto do seu diâmetro. Também é válido mencionar que espessuras muito pequenas vão demandar um alinhamento com maior precisão. Segundo a NBR 7222 (ABNT, 2011), a resistência à tração indireta por compressão diametral é calculada com a utilização da Equação 10.

$$f_{ct,sp} = \frac{2P}{\pi d l} \quad (10)$$

ONDE:

$f_{ct,sp}$ = resistência à tração por compressão diametral (MPa);

P = força máxima obtida no ensaio (N);

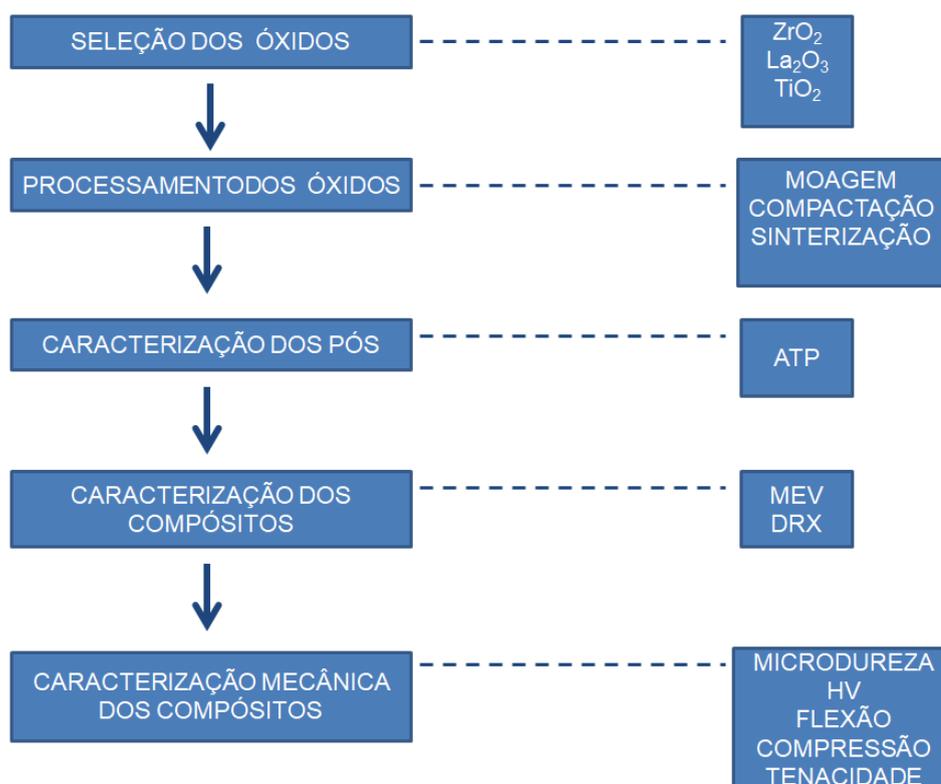
d = diâmetro do corpo de prova (mm);

l = comprimento do corpo de prova, (mm).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Este capítulo expõe os materiais utilizados, o processamento adotado na fabricação e as técnicas de caracterização do compósito $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2$. O planejamento do experimento pode ser facilmente entendido pelo fluxograma da Figura 23.

Figura 23 -Fluxograma experimental.

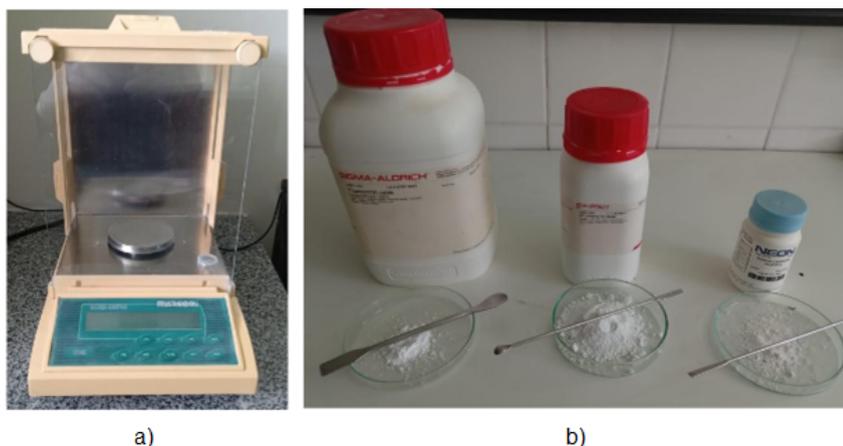


Fonte : Autor (2024).

3.1 SELEÇÃO E PROCESSAMENTO DOS ÓXIDOS

Para a produção dos compósitos foram usados o dióxido de zircônio (ZrO₂), óxido de lantânio (La₂O₃) e dióxido de titânio (TiO₂). Na medição da massa dos pós, a balança (MARCONI Modelo: FA2014N) com quatro casas decimais foi empregada de acordo com a Figura 24.

Figura 24 - Seleção e pesagem dos óxidos a) balança analítica e b) óxidos selecionados.



Fonte: Autor (2023).

O TiO_2 e o La_2O_3 foram adicionados ao ZrO_2 dando origem a duas composições (C1 e C2) com o total de 30 g cada. A seleção dos óxidos teve como base o estudo realizado por Gomes (2016) que obteve a estabilização da zircônia tetragonal com o uso destes óxidos. Além disso, o material apresentou maior resistência mecânica com as porcentagens expostas na Tabela 2.

Tabela 2 - Composições das cerâmicas.

Composição	ZrO_2	La_2O_3	TiO_2
C1	65%	15%	20%
C2	70%	15%	15%

Fonte: Autor (2023).

3.1.2 Moagem

Os pós foram homogeneizados no moinho Marconi, modelo MA-500 durante 24h com rotação de 200rpm. O objetivo desta etapa foi o de diminuir as partículas para o aumento da área superficial, melhorar a compactação e otimizar o processo de sinterização.

O moinho de bolas, (Figura 25) disponível no Laboratório de Cerâmicas Especiais da UFPE, foi usado nessa etapa do trabalho. O mesmo apresenta um

volume útil de $1964,44\text{cm}^3$ e jarras de aço inoxidável nas quais foram usadas 32 esferas de alumina.

Figura 25 - Equipamento de moagem (a) moinho de bolas e (b) jarro onde se coloca as esferas.



Fonte: Constantino (2021).

3.1.3 Análise de tamanho de partículas (ATP)

Neste trabalho, o equipamento utilizado para a realização do ensaio foi o analisador de tamanho de partícula modelo Mastersizer 2000, da Malvern Instruments, cujo limite inferior de detecção é 10 nm e o superior é 2000 μm . Foi acoplado como acessório via úmida o Hydro 2000MU e água como meio fluido. O equipamento está situado no Laboratório de Tecnologia Mineral da UFPE.

O equipamento é dotado de um sistema de detecção de luz vermelha capaz de detectar o espalhamento lateral, frontal e posterior. O tamanho das partículas é indicado como o diâmetro de uma esfera de volume equivalente. A Figura 26 exhibe o equipamento utilizado.

Figura 26 - Equipamento de análise de tamanho de partículas.



Fonte: Domingues (2023).

3.1.4 Compactação

Após o período de 24h de moagem, os pós foram retirados do moinho e inseridos em matrizes metálicas de formato cilíndrico, cujo nome comercial é VC 131 (austenitizado, temperado e revenido) da classe AISI D6. Matrizes de 15mm e 30mm de diâmetro foram utilizadas na etapa de compactação.

O equipamento usado para essa etapa foi a prensa hidráulica (SCHIWING SIWA, ART6500089 modelo). A Tabela 3 apresenta as cargas e os respectivos tempos adotados na conformação dos pós.

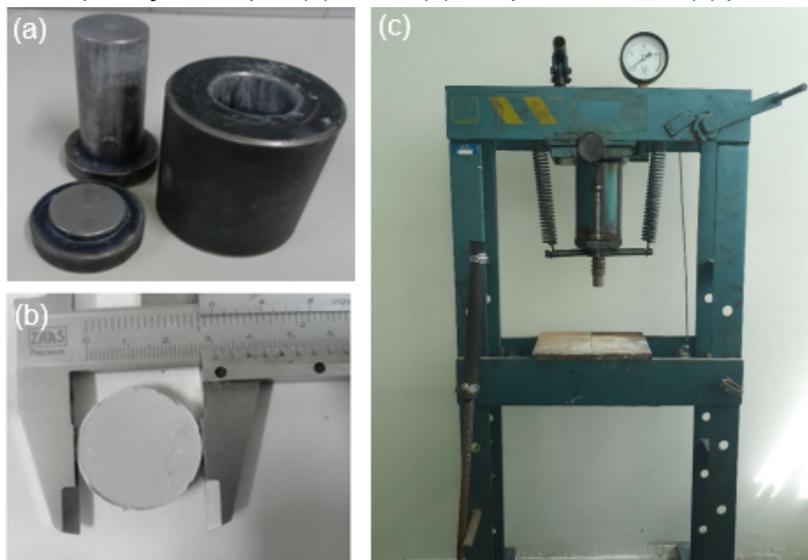
Tabela 3 - Carga e tempo adotados na compactação.

	1ª Etapa	2ª Etapa	3ª Etapa	Total
Carga (Ton/cm ²)	5	5	4	14
Tempo (minutos)	2	2	3	7

Fonte: Autor (2023).

Para evitar a quebra e promover a boa remoção, foi aplicado nas matrizes o etilenoglicol que serviu como lubrificante, facilitando a retirada do compactado verde. A Figura 28 exhibe os principais componentes empregados nessa etapa.

Figura 27 - Compactação dos pós (a) matriz (b) compactado verde (c) prensa hidráulica.

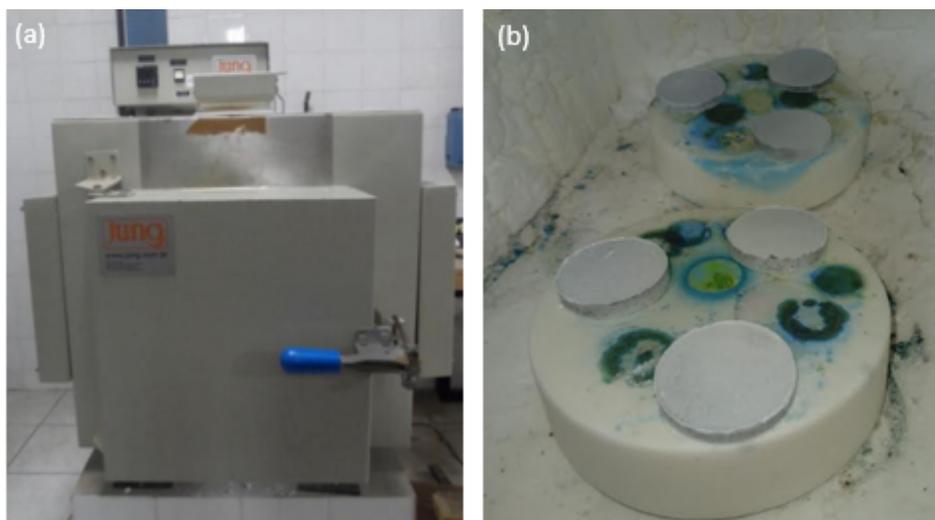


Fonte: Autor (2023).

3.1.5 Sinterização

Após o processo de conformação, os compactados verde foram levados ao forno para sinterização durante 24h, sob temperatura de 1350°C, com uma taxa de aquecimento constante (10°C/min) e resfriamento até a temperatura ambiente. Um forno tipo mufla de alta temperatura (modelo jung 0614) foi usado em atmosfera ambiente e as pastilhas foram apoiadas em cadinhos de alumina de alta pureza conforme a Figura 29. Após o processo de sinterização, as pastilhas foram retiradas do forno em atmosfera ambiente.

Figura 28 - Etapa de sinterização (a) forno tipo mufla (b) compactado verde.



Fonte : Autor (2023).

3.2 CARACTERIZAÇÃO DOS COMPÓSITOS

A estrutura cristalina dos compósitos foi analisada por difração de raios X. A microestrutura e EDS foram estudadas pela Microscopia Eletrônica de Varredura. Já as propriedades mecânicas dos compósitos produzidos foram analisadas pelo ensaio de microdureza vickers, ensaio de tenacidade à fratura, compressão diametral e flexão.

3.2.1 Difração de raios X

Os compósitos sinterizados foram analisados por difração de raios X, para verificação estrutural da formação do compósito de matriz cerâmica. O ensaio foi realizado no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da UFPE, utilizando-se o difratômetro da SHIMADZU, modelo XRD-7000, com os parâmetros descritos na Tabela 4.

Tabela 4 - Parâmetros da difração de raios x adotados na análise dos compósitos cerâmicos.

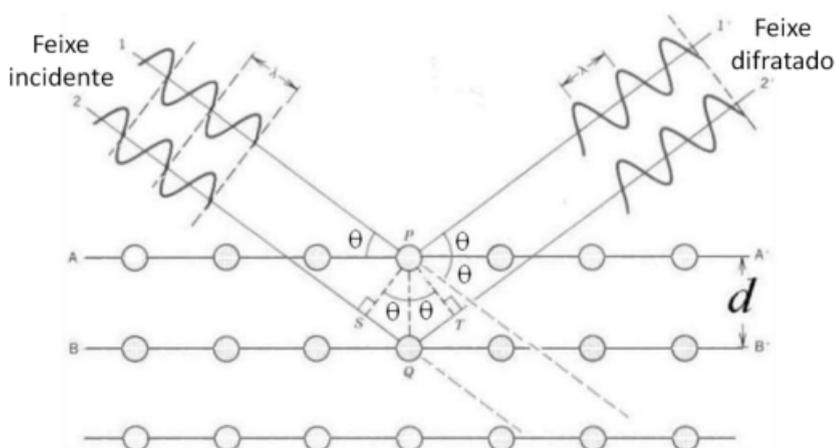
PARÂMETRO	VALOR
Configuração	θ - 2θ
Radiação	CuK α
K-Alpha1 [Å]	1,5406
K-Alpha 2 [Å]	1,54439
K-Beta [Å]	1,39222
Energia do tubo	30 mA, 40 kV
Faixa angular ($^{\circ}2\theta$)	10 $^{\circ}$ a 90 $^{\circ}$
Tempo de varredura [min]	18,733

Fonte: Domingues (2023).

A difração de raios X trata-se de uma técnica bastante difundida na caracterização de materiais cristalinos. Através desta, é possível definir a rede cristalina ou da periodicidade do arranjo atômico do material. (CALLISTER, 2010). A difração pode ser entendida como um fenômeno de espalhamento da radiação eletromagnética. Tal espalhamento é originado devido à interação entre as ondas de raios X e os elétrons dos planos atômicos do material cristalino que atuam como uma grade de difração, já que o espaço entre os planos atômicos é da mesma ordem de grandeza do comprimento de onda dos raios-X (KITTEL, 2006; ASHCROFT e MERMIN, 2010).

Como um material cristalino é formado por planos atômicos separados por certa distância d , é de se esperar que os raios X incidentes na amostra sofram desvio percorrendo diferentes direções e distâncias. Ou seja, uma das ondas percorrerá uma distância maior com relação à outra e isto é denominado de diferença de fase. Se esta diferença de fase for um múltiplo inteiro do comprimento de onda, as amplitudes das ondas serão somadas resultando numa interferência construtiva. Caso o contrário, uma interferência destrutiva. A Figura 30 traz a ilustração do fenômeno de difração de raios X.

Figura 29 - Difração de raios X pelos planos atômicos.



Fonte : Callister (2007).

A lei de Bragg relaciona o comprimento de onda dos raios X (λ) e o espaçamento interatômico (d) ao ângulo do feixe (θ) a ser difratado através da Equação 11.

$$n\lambda = 2d \operatorname{sen}\theta \quad (11)$$

Onde:

λ = comprimento de onda da radiação incidente;

n = número inteiro (ordem de difração);

d = distância interplanar para o conjunto de planos hkl (índice de Miller) da estrutura cristalina;

θ = ângulo de incidência dos raios X (medido entre o feixe incidente e os planos cristalinos).

Cada material cristalino possui características próprias relacionadas às distâncias interplanares, densidade de átomos e planos de difração. Sendo assim, cada material irá exibir um difratograma próprio que pode ser confrontado com fichas cristalográficas dos bancos do International Center for Diffraction Data – ICDD (CALLISTER, 2002). A indexação das fases dos compósitos cerâmicos desenvolvidos nesta pesquisa foi realizada por comparação com as fichas cristalográficas disponíveis no ICDD.

3.2.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microscopia eletrônica de varredura é uma técnica de caracterização microestrutural aplicada em várias áreas de estudo. Por meio desta análise é possível obter imagens com aspecto tridimensional e alta resolução devido à elevada profundidade de foco (DEDAVID, GOMES, MACHADO, 2007).

Os microscópios eletrônicos podem formar imagens com aumento superior a 100 mil vezes. Este equipamento utiliza feixe de elétrons que se desviam pela interação com campos magnéticos. Ou seja, o feixe de elétrons focalizado varre toda a superfície do objeto analisado gerando uma interação com a amostra e diferentes sinais que podem revelar aspectos importantes como a morfologia e composição química do material (RAMALHO, 2007).

Com relação à formação da imagem no MEV, pode ser obtida por elétrons secundários, também denominados de baixa energia (<50eV), ou por elétrons retroespalhados com energia que varia entre 50eV até o valor da energia do elétron primário. Os elétrons secundários interagem mais superficialmente com a amostra fornecendo imagens com aspectos topográficos, enquanto que os retroespalhados exibem o contraste entre elementos de diferentes números atômicos presentes na amostra, além de também proporcionar imagens onde seja possível visualizar a topografia do objeto analisado.

No desenvolvimento desta pesquisa, as micrografias eletrônicas de varredura foram geradas pelo Microscópio Eletrônico Tescan, modelo Mira 3, com atmosfera de argônio na formação do vácuo, distância focal de 15mm, tensão de 20kV e detector elétron retroespalhado (BSE). O equipamento está localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica no INTM/UFPE.

Antes da análise, por se tratar de um material não condutor de eletricidade, fez-se necessário metalizar as amostras com uma fina camada de ouro a fim de possibilitar a emissão dos elétrons.

3.2.3 Espectrometria de energia dispersiva de raios X (EDS)

A espectrografia de energia dispersiva de raios-X – EDS é capaz de detectar a composição química de elementos de uma região ou um ponto da superfície estudada (SILVA, 2020). Esta análise foi realizada nos compósitos sinterizados por

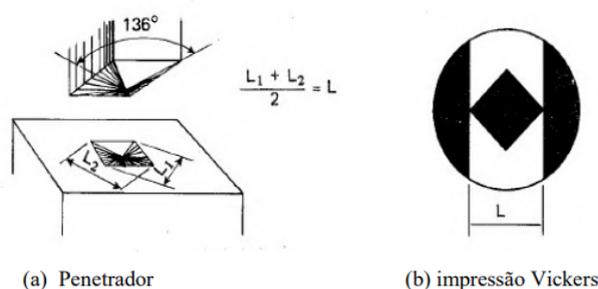
meio do microscópio eletrônico de varredura acoplado com um detector capaz de coletar raios-X identificado os elementos que constituem pontos específicos da amostra.

3.2.4 Microdureza Vickers

Quando se pretende quantificar as propriedades mecânicas de compósitos cerâmicos, algumas diferentes técnicas podem auxiliar neste objetivo. Dentre elas, encontram-se os ensaios de dureza e microdureza Brinell, Vickers e Rockwell. O ensaio adotado nesta pesquisa foi o de microdureza Vickers, que possibilita a aplicação de cargas menores que 1 kgf e que leva em consideração a natureza do material cerâmico (YOKOYAMA, 2008).

A execução do ensaio de microdureza Vickers é relativamente simples: um indentador de diamante, de formato piramidal e de base quadrada é comprimido sobre a superfície do material estudado. O valor da carga é definido no início do ensaio. A proposta do teste é quantificar a resistência que o material oferece ao penetrador. Quanto maior for a dureza do material, menor a impressão do penetrador deixada na amostra. O esquema do ensaio pode ser contemplado na Figura 31.

Figura 30 - Ensaio de dureza Vickers.



Fonte: Sousa (1982).

A dureza do material é obtida através da relação entre a carga aplicada e a área da impressão imprimida pelo penetrador. O cálculo da dureza pode ser obtido pela Equação 12.

$$HV = \frac{1,8544P}{l^2} \quad (12)$$

Onde:

HV = dureza Vickers (Kgf/mm²)

P = carga aplicada (Kgf)

L = diagonal do losango retangular obtida na impressão (mm)

Nesta pesquisa, os testes de microdureza Vickers foram realizados através de um microdurômetro Emcotest, modelo DuraScan situado no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da UFPE. Antes do ensaio de dureza, fez-se necessário preparar as amostras já sinterizadas por meio de um prévio polimento a fim de apresentarem superfície espelhada que pudesse exibir a impressão do penetrador de diamante. Foram realizadas 12 leituras em cada amostra, a carga usada foi de 5 kgf e o tempo de aplicação foi de 10 e 60 segundos. Para visualizar a impressão, um microscópio óptico sob aumento de 100x foi empregado. Os dois valores mais discrepantes foram desconsiderados e em seguida calculada a microdureza por meio da média aritmética. A Figura 32 exibe a etapa da indentação das pastilhas fabricadas.

Figura 31 - Indentação da amostra.



Fonte: Autor (2024).

3.2.5 Ensaio de flexão

Com o objetivo de estudar as propriedades mecânicas do compósito cerâmico foram realizados ensaios de flexão em três pontos. Foram fabricados 10 corpos de provas de seção retangular, sendo que um deles fraturou antes do ensaio. Sendo assim, foram 5 corpos de provas para uma amostra e 4 corpos de prova para outra.

Os corpos de prova foram cortados a partir das amostras sinterizadas que tinham aproximadamente 30 mm de diâmetro. As barras confeccionadas tinham 25 mm de comprimento, 3 mm de altura e 4 mm de largura. Tais medidas foram adaptadas do padrão sugerido pela norma ASTM C1161 (MENDES, 2015).

As pastilhas cerâmicas foram cortadas com a cortadora de precisão Struers – Accutom-100, no INTM-UFPE. A velocidade de rotação adotada foi de 2200 rpm, avanço de corte igual 0.040 mm.s^{-1} e disco diamantado indicado para materiais de elevada dureza. A Figura 33 mostra a etapa de produção dos corpos de prova para o ensaio de flexão.

Figura 32 - Detalhamento da fabricação dos corpos de prova até o ensaio de flexão.



Fonte: Autor (2024).

A resistência à flexão e o módulo de elasticidade foram calculados a partir das equações 8 e 9.

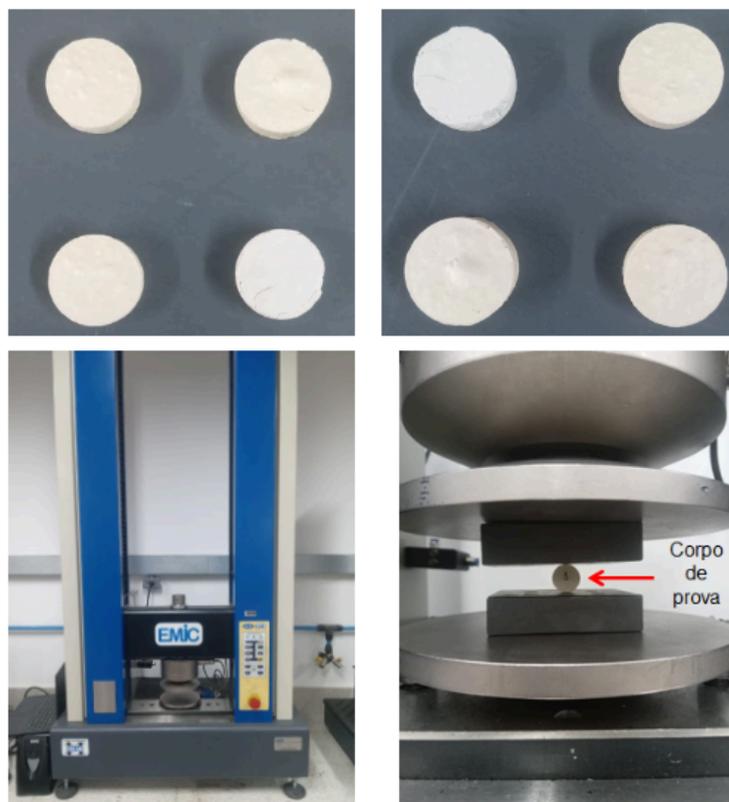
3.2.6 Tenacidade à fratura

Na avaliação da tenacidade à fratura foi empregada a técnica da indentação. As equações da Tabela 1 serviram como respaldo na quantificação desta propriedade mecânica. O ensaio de tenacidade à fratura foi realizado com cargas entre 1-5 kgf com tempo de aplicação variando entre 10-60 segundos. Para visualizar as trincas, foi empregado o Microscópio Eletrônico de Varredura já citado com ampliação de 600-800x. É importante que a medida do comprimento das trincas seja realizada imediatamente após a indentação considerando que as trincas podem se propagar lentamente após a impressão (CONSTANTINO, 2021).

3.2.7 Compressão diametral

Para quantificar a resistência à tração dos compósitos, o ensaio foi conduzido com base na NBR 7222 (ABNT, 2011) no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da UFPE. Ao todo, foram ensaiados 8 corpos de provas, com 4 espécimes de cada composição, cujas dimensões tinham aproximadamente 3 mm de espessura e 15 mm de diâmetro. O teste foi realizado utilizando uma máquina de ensaios universais Emic, Modelo DL10000 com capacidade máxima de 100 kN. A velocidade de aplicação da carga foi de 1 mm/min. Se fez necessário o devido cuidado para garantir a centralização do corpo de prova a fim de validar os resultados. A Figura 34 apresenta mais detalhes da condução do ensaio.

Figura 33 - Ensaio de compressão diametral.



Fonte: Autor (2024).

4 Resultado e Discussão

Os resultados obtidos a partir da análise dos compósitos cerâmicos produzidos serão apresentados e discutidos no presente capítulo.

4.1 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL DOS COMPÓSITOS CERÂMICOS

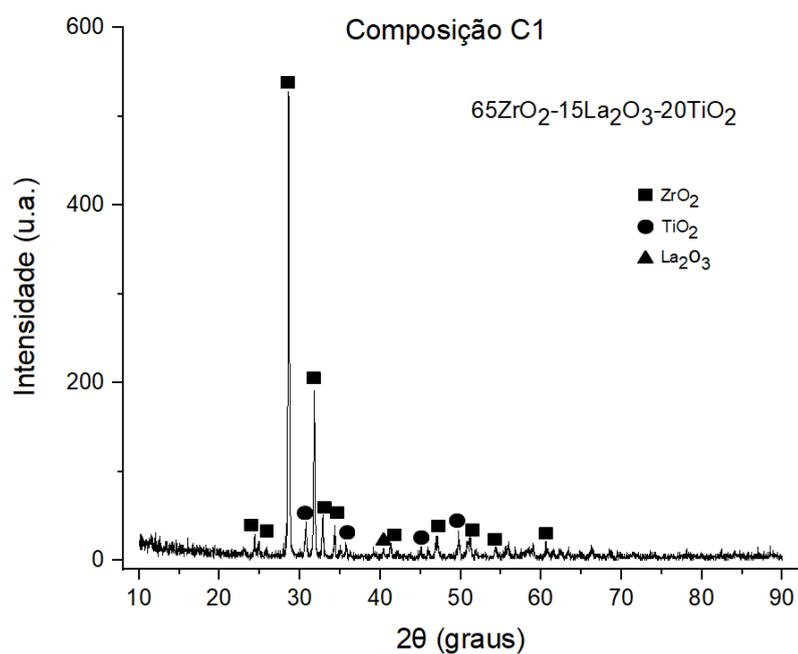
A seguir serão apresentados e discutidos os resultados obtidos a partir da caracterização dos compósitos cerâmicos sinterizados.

4.1.1 Difração de raios X

As Figuras 35 e 36 apresentam, respectivamente os espectros de difração de raios X dos compósitos cerâmicos de composição $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$ e $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$ sinterizados na temperatura de 1350°C por 24 horas.

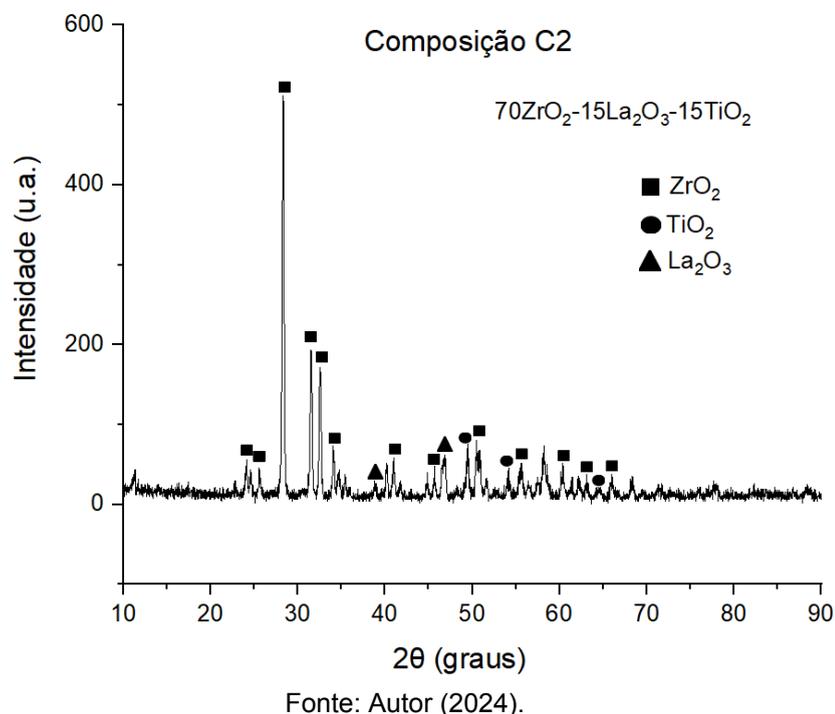
Nota-se nos difratogramas dos compósitos os picos característicos dos óxidos de zircônia, lantânia e titânia. Não houve picos que apontem para a formação de outras fases diferentes dos óxidos selecionados neste trabalho, Existe semelhança entre os difratogramas já que as matérias primas para a fabricação dos compósitos foram as mesmas, onde a única diferença foi apenas na porcentagem dos óxidos.

Figura 34 - Difratograma de raios X do compósito cerâmico $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$ sinterizado a 1350°C por 24 horas.



Fonte: Autor (2024).

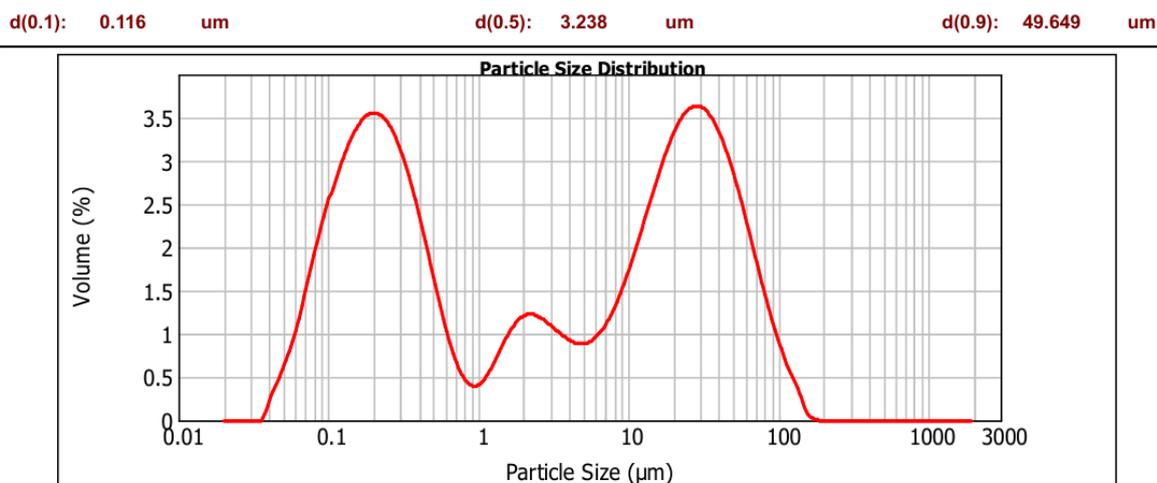
Figura 35 - Difratoograma de raios X do compósito cerâmico $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$ sinterizado a 1350°C por 24 horas.



4.1.2 Análise de tamanho de partícula

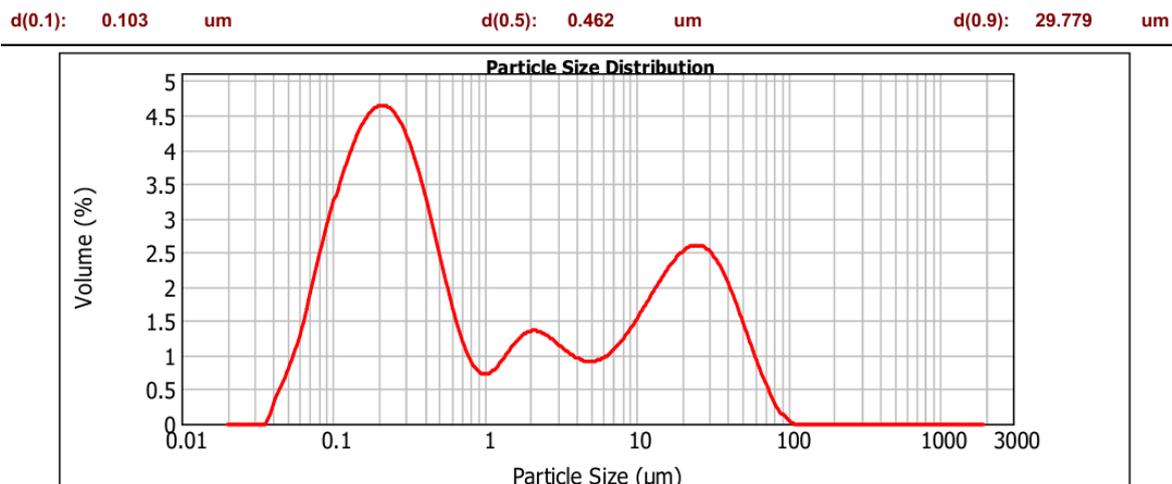
As Figuras 37 e 38 exibem as curvas de distribuição granulométrica dos óxidos constituintes. Esta análise foi empregada com o intuito de verificar a distribuição do tamanho dos grãos a qual exerce forte influência no processo de sinterização, na microestrutura e nas propriedades finais do material (DOMINGUES, 2020).

Figura 36 - Curva de distribuição granulométrica do pó cerâmico $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$.



Fonte: Autor (2024).

Figura 37 - Curva de distribuição granulométrica do pó cerâmico $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$.



Fonte: Autor (2024).

O espectro de difração a laser exposto na Figura 37, refere-se à análise granulométrica do pó cerâmico $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$ (Composição 1) após a moagem de 24 horas. A ATP evidencia diferentes picos na representação gráfica, isto é, os percentuais volumétricos encontram-se em diferentes faixas de valores de tamanho de partículas. Partículas com tamanho entre 0,1-1, 1-10 e 10-100 μm correspondem aproximadamente às respectivas porções volumétricas: 3,5; 1,2 e 3,7%. O D50 (diâmetro médio das partículas) corresponde a 3,238 μm .

O espectro de difração a laser exposto na Figura 38, refere-se à análise granulométrica do pó cerâmico $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$ (Composição 2). Nota-se uma semelhança entre as curvas de distribuição granulométrica de ambas as amostras. Porém os valores obtidos são diferentes: os percentuais volumétricos também encontram-se em diferentes faixas de valores de tamanho de partículas. Partículas com tamanho entre 0,1-1, 1-10 e 10-100 μm correspondem aproximadamente às respectivas porções volumétricas: 4,5; 1,3 e 2,5%. Ou seja, existe uma maior porção volumétrica da amostra, cujos tamanhos das partículas estão entre 0,1-1 μm . Além disso, o D50 corresponde a 0,462 μm .

Espera-se que a composição 2, por apresentar menor tamanho de partículas, se densifique melhor durante a sinterização e obtenha melhores propriedades mecânicas.

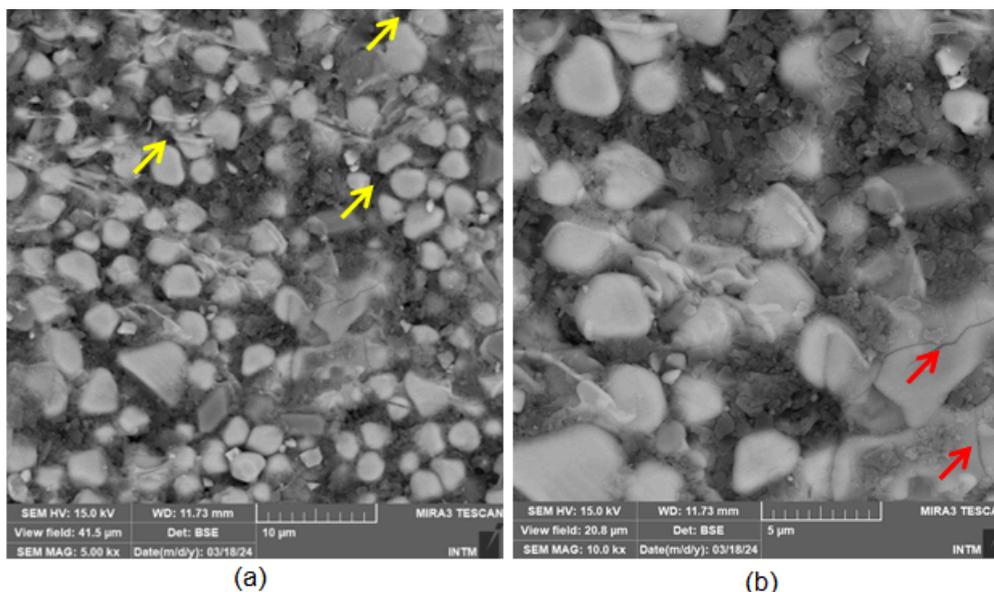
4.1.3 Caracterização microestrutural

No processo de produção de materiais cerâmicos para aplicações avançadas, é preferível que o produto final obtenha uniformidade com relação à sua microestrutura evitando ao máximo a presença de poros e microfissuras que atuam como concentradores de tensão e diminuem a integridade mecânica do material. (DOMINGUES, 2020).

No estudo da microestrutura dos compósitos foi empregada a Microscopia Eletrônica de Varredura a fim de compreender qual o efeito da incorporação do TiO_2 e La_2O_3 na microestrutura do material. As imagens de MEV foram realizadas com aumento de 3000 a 10000 vezes. As Figuras 40 e 41 exibem as micrografias dos compósitos sinterizados a 1350°C por 24 horas.

Figura 38 - Micrografias eletrônicas de varredura do compósito $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$.

Ampliação de (a) 5kx, (b) 10kx.



Fonte: Autor (2024).

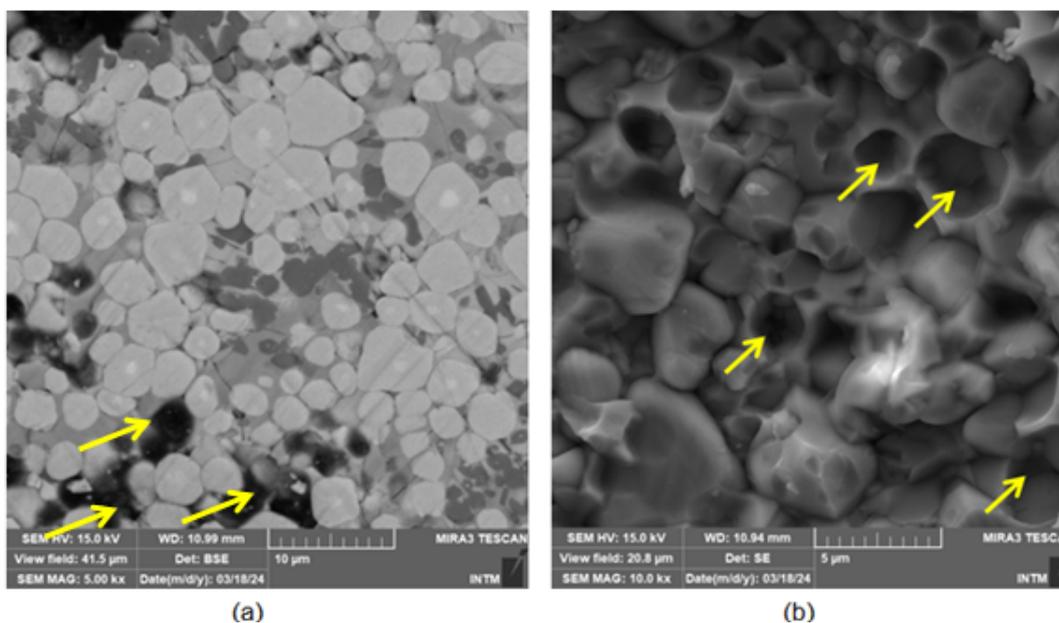
A Figura 40 referente à composição C1, com 20% de TiO_2 e 15% de La_2O_3 apresenta uma microestrutura com boa homogeneidade em relação à distribuição granulométrica e de fases. Percebe-se, porém, a presença de alguns grãos grosseiros ocasionada pela porcentagem de TiO_2 utilizada. O mesmo ocorreu no trabalho de Gomes (2016) onde a microestrutura do seu material exibiu grãos grosseiros ocasionados também pelo o uso de 20% de TiO_2 . Constantino (2021) verificou que na produção do seu compósito cerâmico baseado em ZrO_2 estabilizada com MgO e incorporação de 7,5% em peso de TiO_2 , o óxido de titânio contribuiu para reduzir as zonas de porosidade como resultado da coalescência dos grãos o que resultou numa dureza média de 849,5 HV. Entretanto, sua amostra T6, com 22,5% de TiO_2 mostrou grãos excessivamente maiores e poros isolados nos contornos dos grãos. Em seu trabalho, o fenômeno do crescimento exagerado de grãos, ocasionou a diminuição da dureza do material atingindo o valor de 737,6 HV.

Espera-se que a microestrutura de um compósito cerâmico apresente a maior densidade possível, embora seja aceitável certo nível de porosidade. Ainda na composição C1, é notável a presença de poros e microfissuras indicados pela seta amarela e vermelha, respectivamente. Tais características microestruturais influenciaram a dureza do material, que será discutida posteriormente.

Estudando a composição C2, com menor percentual de TiO_2 (15%) e com os mesmos 15% de La_2O_3 , notou-se uma melhora na microestrutura a qual exibiu grãos mais compactos. Esta diferença pode ser notada entre a Figura 40a e a Figura 41a e atrelada ao percentual de titânia e zircônia adotados. Ainda com relação à composição C2, nota-se pouca homogeneidade com relação à distribuição de fases, porém boa homogeneidade com relação ao tamanho de partículas, tendo em vista o mesmo percentual de La_2O_3 para um menor teor de TiO_2 , quando comparado à composição C1. Possivelmente, tais efeitos na microestrutura foram ocasionados respectivamente pelos 15% de TiO_2 e 15% de La_2O_3 . Não pode ser afirmado que os 15% de óxido de lantânio de fato atuou como refinador de grão, tendo em vista que não se percebe grande diferença entre as microestruturas da composição 1 e 2, com relação ao tamanho de grão. Na Figura 41b, composição 2, os poros sinalizados pelas setas amarelas indicam que o maior percentual de zircônia dificultou a aglutinação dos outros constituintes.

Figura 39 - Micrografias eletrônicas de varredura do compósito 70ZrO_2 - $15\text{La}_2\text{O}_3$ - 15TiO_2 .

Ampliação de (a) 5kx, (b) 10kx.



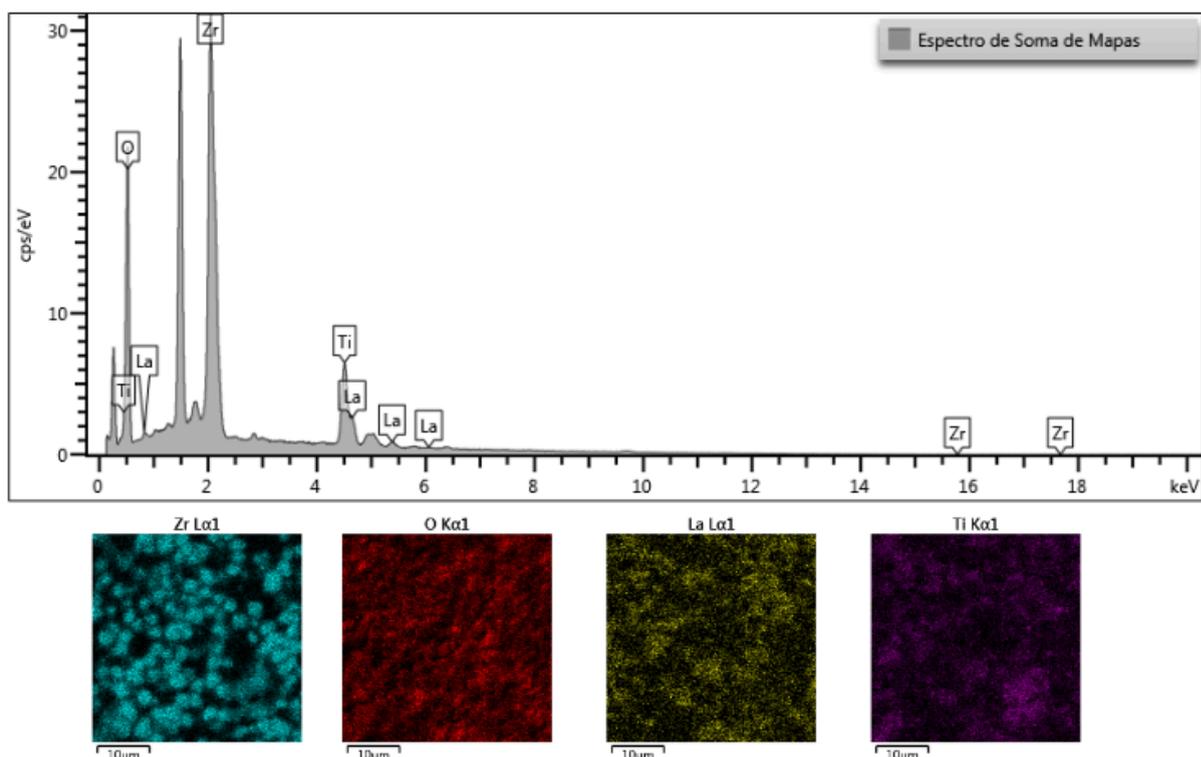
Fonte: Autor (2024).

4.1.4 Espectroscopia de energia dispersiva

A Espectroscopia de Energia Dispersiva teve como finalidade realizar a análise química elementar dos materiais cerâmicos. Trata-se de uma microanálise

qualitativa e semiquantitativa da constituição química das pastilhas sinterizadas. A Figura 42 exibe o espectro EDS por ponto e por mapa do compósito $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$.

Figura 40 - Espectroscopia de Energia Dispersiva do compósito cerâmico $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$.

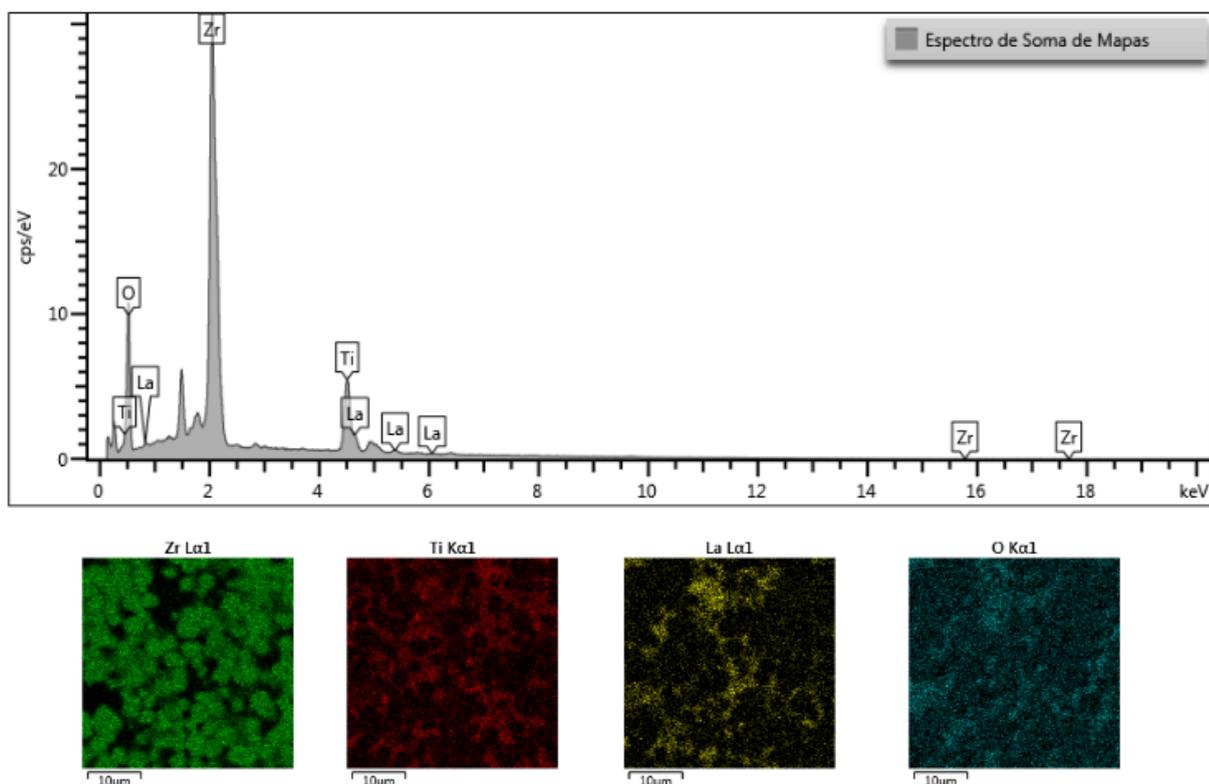


Fonte: Autor (2024).

Observando o EDS do compósito $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$, nota-se apenas a presença dos óxidos esperados. Com relação à análise pontual, foram constatados apenas os químicos constituintes com as seguintes concentrações em peso: 39,68% Zircônio (Zr), 9,68% Lantânio (La), 10,26% Titânio (Ti) e 40,38 Oxigênio (O).

A Figura 43 expõe o espectro EDS por ponto e por mapa do compósito $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$.

Figura 41 - Espectroscopia de Energia Dispersiva do compósito cerâmico
70ZrO₂-15La₂O₃-15TiO₂.



Fonte: Autor (2024).

Observando agora o EDS do compósito 70ZrO₂-15La₂O₃-15TiO₂, nota-se a existência dos elementos Zircônio (Zr), Lantânio (La) e Oxigênio (O). Na região analisada da amostra, calcula-se uma proporção em peso de aproximadamente 50,77% de Zircônio, 7,15% de Lantânio, 11,67% Titânio e 30,4% de oxigênio.

Com base na análise dos espectros EDS dos compósitos fabricados nesta pesquisa, pode-se dizer que nenhum deles apresentou contaminação durante o processamento, tendo em vista que os únicos elementos identificados fazem referência aos óxidos constituintes selecionados para a fabricação dos compósitos cerâmicos.

4.1.5 Microdureza Vickers

Para avaliar a dureza dos compósitos cerâmicos, diferentes pontos da superfície polida do material foram analisados a fim de obter o valor médio de

microdureza de cada composição. A Tabela 5 exibe a microdureza média dos compósitos e o desvio padrão relacionado às medidas efetuadas.

Tabela 5 - Microdureza Vickers média dos compósitos sintetizados.

Composição	Dureza média (HV)	Desvio padrão
$65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$	110,1	16,25
$70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$	149,0	17,61

Fonte: Autor (2024).

Como pode ser visto na Tabela 5, a microdureza média das amostras de composição $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$ e $70\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}15\text{TiO}_2$ obtiveram valores próximos. Nota-se que a pastilha da composição $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$ obteve menor valor de dureza ($110,1 \pm 16,25$) HV, enquanto que a composição 2 entregou uma dureza de 149,0 HV. A dureza obtida pela composição 2, pode ser atrelada ao menor diâmetro médio das partículas ($0,462\mu\text{m}$), o que contribui para uma melhor sinterização, ao maior percentual de ZrO_2 e à maior compactação dos constituintes conforme a Figura 41a.

4.1.6 Ensaio de flexão

Os valores de resistência à flexão e módulo de elasticidade foram obtidos através dos ensaios de flexão em três pontos utilizando a média aritmética. Os compósitos fabricados a $1350\text{ }^\circ\text{C}$ com 20% de TiO_2 e 15% de La_2O_3 (C1) apresentaram resistência à flexão e módulo de elasticidade superiores aos compósitos fabricados nas mesmas condições, porém com 15% de TiO . Provavelmente o acréscimo do teor de titânia proporcionou o aumento destas propriedades mecânicas.

Na fabricação de compósitos $\text{ZrO}_2\text{-MgO-TiO}_2$, Constantino (2021) avaliou o efeito do incremento do teor de titânia nas propriedades mencionadas e constatou que, o acréscimo gradativo do TiO_2 , variando de 0,0% a 22,5% não surtiu efeito positivo na resistência à flexão e no módulo de elasticidade dos compósitos

sinterizados a 1250°C, os quais tiveram valores entre 93,9 - 49,0 MPa e 13,2 - 5,02 GPa, respectivamente.

Constantino (2021) ainda verificou que, para os compósitos sinterizados a 1350°C e com variação de TiO₂ entre 0,0% a 22,5%, a resistência à flexão variou entre 7,2 e 30,1 MPa, enquanto que o módulo de elasticidade foi 0,49 a 30,16 GPa, respectivamente. A Tabela 6 exhibe as propriedades obtidas no ensaio de flexão.

Tabela 6 - Resistência à flexão e módulo de elasticidade em função do teor de adição de óxido de titânio.

Resistência à flexão (Mpa)	Módulo de elasticidade (GPa)	
10,74	0,94	15% Ti
21,07	2,03	20% Ti

Fonte: Autor (2024).

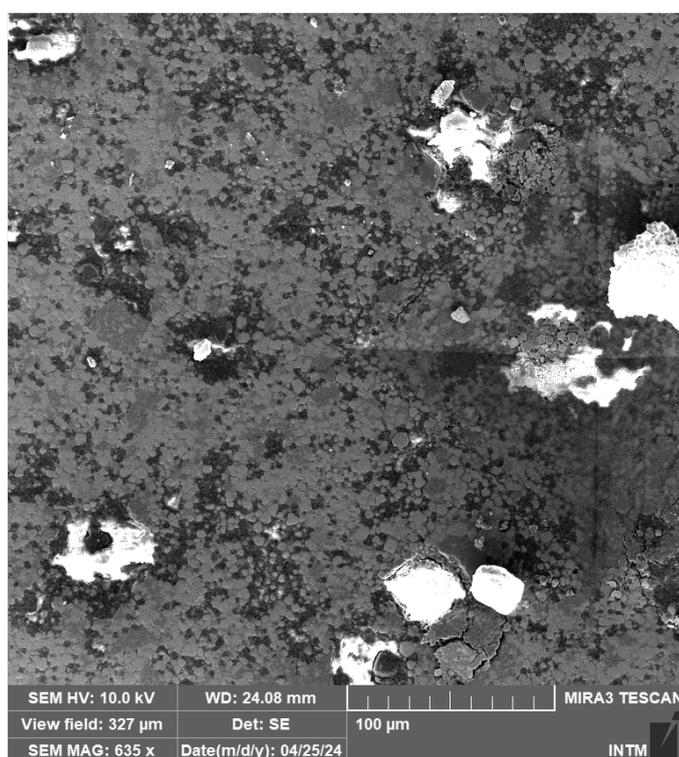
A seleção e processamento dos constituintes está intimamente relacionada às propriedades finais do produto. Outro fator a ser considerado com relação à resistência à flexão obtida, é a presença de microdefeitos que atuam como concentradores de tensão. Esses têm a capacidade de formar trincas e reduzir a integridade mecânica do material. Tais defeitos (poros e fissuras) são intrínsecos aos materiais cerâmicos e podem também surgir no momento da confecção dos corpos de prova.

4.1.7 Tenacidade à fratura

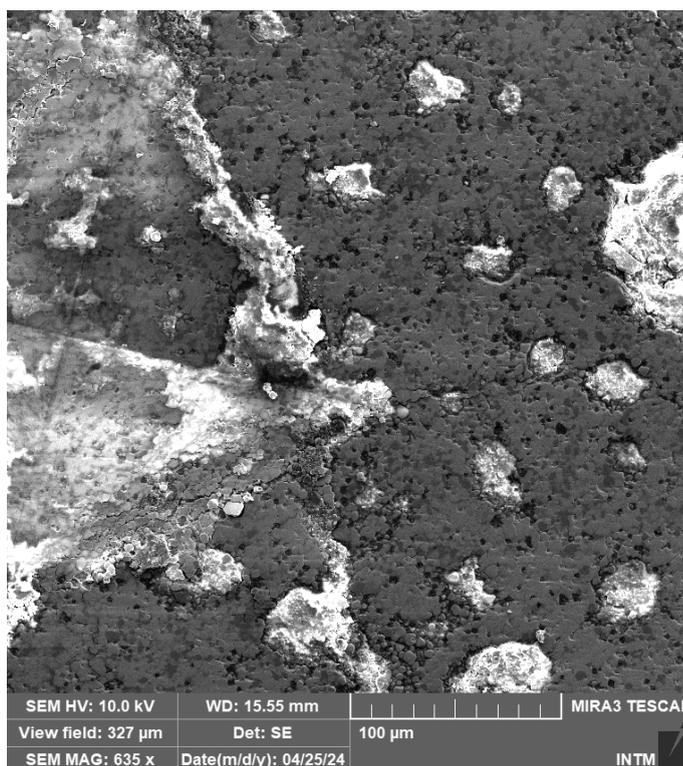
Com o objetivo de avaliar a tenacidade à fratura, os compósitos foram analisados pelo método da indentação. Nesta etapa, o equipamento utilizado foi um microdurômetro Emcotest, modelo DuraScan situado no Instituto Nacional de Tecnologia em União e Revestimento de Materiais (INTM) da UFPE. No ensaio foram efetuadas 6 indentações em cada amostra com cargas entre 1-5 kgf e tempo de aplicação entre 10-60 segundos. Para possibilitar a visualização das trincas, o

microscópio eletrônico Tescan, modelo Mira 3, com atmosfera de argônio na formação do vácuo, distância focal de 15mm, tensão de 20kV e detector retroespalhado (BSE) foi empregado. O equipamento está localizado no Laboratório de Microscopia Eletrônica no INTM/UFPE. Tendo em vista a limitação do equipamento, as cargas adotadas não foram suficientes para formar e visualizar as trincas em nenhuma das amostras como mostram as Figuras 45 e 46.

Figura 42 - Ensaio de tenacidade do compósito $65\text{ZrO}_2\text{-}15\text{La}_2\text{O}_3\text{-}20\text{TiO}_2$.



Fonte: Autor (2024).

Figura 43 - Ensaio de tenacidade do compósito 70ZrO₂-15La₂O₃-15TiO₂.

Fonte: Autor (2024).

4.1.8 Compressão diametral

Com a execução dos ensaios de compressão diametral com os diferentes compósitos, foram determinados os valores de resistência à tração de três corpos de prova de cada composição. A Tabela 6 apresenta os valores obtidos.

Tabela 7 - Compressão diametral.

65ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -20TiO ₂	CP 1	CP 2	CP 3
Resistência à tração (MPa)	0,52	0,71	0,23
Deformação (mm)	0,68	0,10	0,51
70ZrO ₂ -15La ₂ O ₃ -15TiO ₂	CP 1	CP 2	CP 3
Resistência à tração (MPa)	0,52	1,43	22,58
Deformação (mm)	0,13	0,13	0,25

Fonte: Autor (2024).

Verifica-se que a resistência à tração, obtida por compressão diametral apresentou valores relativamente diminutos. O maior valor obtido foi do CP3, correspondendo a 22,58 MPa. Tais valores estão correlacionados com os defeitos contidos em ambos os compósitos: fissuras e poros, conforme as imagens obtidas por MEV. Balça (2022) executou o mesmo ensaio para quantificar a resistência à tração do seu compósito constituído de ZrO₂ (fase monoclinica), 3YSZ (fase tetragonal) e 8YSZ (fase cúbica). As três matérias-primas foram disponibilizadas pelos fabricantes (Acros Organics, USA e TOSOH, Japão) com elevado nível de pureza. Seus compósitos atingiram a faixa de valores de resistência à tração entre 169-180 MPa. Ainda segundo Balça (2022), é perceptível uma significativa discrepância da resistência à tração quando obtida por outros tipos de ensaio. Ou seja, a mesma propriedade em estudo, pode apresentar módulos diferentes quando se altera o tipo de ensaio. A nível de exemplo, esta propriedade mecânica atinge valores entre 700 e 200 MPa no ensaio de compressão diametral, já no ensaio de flexão, valores entre 1000 e 400 MPa são obtidos para zircônia estabilizada com 3% e 8% mol de ítria, respectivamente. Dinesh (1994), afirma que o ensaio de compressão diametral, bem como o de flexão obtém a resistência à tração de forma indireta, a tração não é efetivamente testada de maneira direta. A comparação dos resultados alcançados nesta pesquisa com os mencionados é uma tarefa ainda complexa de ser realizada, tendo em vista que o resultado da resistência à tração depende de muitos fatores: tipo de ensaio, condições de fabricação e análises adotadas na apuração dos resultados.

5 Conclusão

No desenvolvimento desta pesquisa a fim estudar o potencial para aplicação de TBC, foram produzidos por processo termomecânico compósitos cerâmicos $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2$ sinterizados a $1350^\circ C$ por 24h. Após a etapa de sinterização, os compósitos foram analisados quanto às suas características estruturais. A estrutura cristalina dos compósitos, a qual foi caracterizada por DRX, comprovou a formação de compósitos por meio das três fases que correspondem aos óxidos constituintes para a fabricação dos compósitos.

Os compósitos cerâmicos $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2$ apresentaram uma semelhança entre as curvas de distribuição granulométrica de ambas as amostras. No entanto, uma diferença significativa com relação ao tamanho médio das partículas: $3,238\mu m$ para o compósito $65ZrO_2-15La_2O_3-20TiO_2$ e $0,462\mu m$ para o compósito $70ZrO_2-15La_2O_3-15TiO_2$.

Por meio das análises obtidas pela Microscopia Eletrônica de Varredura do compósito $65ZrO_2-15La_2O_3-20TiO_2$, foi perceptível uma microestrutura com boa homogeneidade em relação à distribuição granulométrica e de fases. Percebe-se, porém, a presença de alguns grãos grosseiros ocasionados pelos 20% de TiO_2 empregados. O estudo da composição $70ZrO_2-15La_2O_3-15TiO_2$ mostrou uma melhora na microestrutura a qual exibiu grãos mais compactos e que podem estar atrelados ao percentual de titânia e zircônia empregados. Não pode ser afirmado que os 15% de óxido de lantânio de fato atuou como refinador de grão, tendo em vista que não se percebe grande diferença entre as microestruturas da composição 1 e 2, com relação ao tamanho de grão.

A Espectroscopia por Energia Dispersiva confirmou a presença apenas dos elementos constituintes do compósito cerâmico $ZrO_2-La_2O_3-TiO_2-O$ comprovando a inexistência de contaminação no decorrer do processo de produção do compósito.

O valor médio obtido no ensaio de microdureza Vickers para o compósito $65ZrO_2-15La_2O_3-20TiO_2$ foi de $(110,10 \pm 16,25)$ HV e para o compósito $70ZrO_2-15La_2O_3-15TiO_2$ foi de $(149,0 \pm 17,61)$ HV.

Os compósitos fabricados a $1350^\circ C$ com 20% de TiO_2 e 15% de La_2O_3 (C1) apresentaram resistência à flexão e módulo de elasticidade iguais a 21,07 MPa e 2,03 GPa, respectivamente. Verificou-se ainda que a composição C2

(70ZrO₂-15La₂O₃-15TiO₂) apresentou menores valores de resistência à flexão (10,74 MPa) e módulo de elasticidade (0,94 GPa). É provável que o acréscimo do teor de titânia tenha proporcionado o aumento destas propriedades mecânicas.

Não foi viável calcular a tenacidade à fratura dos compósitos, pois o durômetro utilizado apresentou limitação com relação às cargas aplicadas, as quais não foram suficientes para a formação e posterior medição das trincas.

Verificou-se que a resistência à tração, obtida por compressão diametral apresentou valores relativamente diminutos. O maior valor obtido foi do CP3, correspondendo a 22,58 MPa. Tais valores estão correlacionados com os defeitos contidos em ambos os compósitos: fissuras e poros, conforme as imagens obtidas por MEV.

Os resultados obtidos por meio das análises empregadas nesta pesquisa, indicam que o compósito de matriz cerâmica 70ZrO₂-15La₂O₃-15TiO₂ (composição 2) apresenta maior potencial para o emprego como TBC,s para seções quentes de turbinas a gás do setor aeroespacial.

6 TRABALHOS FUTUROS

- Sinterizar os compósitos em temperaturas acima de 1350°C a fim de verificar a efetividade da temperatura no processo de sinterização.
- Por meio do uso do durômetro, aplicar cargas acima de 5 kgf nos compósitos e assim induzir trincas para posterior medição das mesmas e cálculo da tenacidade à fratura.
- Aplicar os revestimentos em substrato de ligas utilizadas na fabricação de bocais de exaustão: níquel e cobalto.

REFERÊNCIAS

ALLEN, T. **Particle Size Measurement, 4th edition, London: Chapman and all, 1993.**

ANTIS, G.; CHANTIKUL, P. A. **Critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements.** Journal of the American Ceramic Society, v. 64, n.9, p. 533-538. 1981.

ARAÚJO, J.C.S. Produção e Caracterização de Revestimento Cerâmico Al₂O₃ – ZrO₂ – Y₂O₃ Inerte ao Petróleo Cru por Processo de Aspersão Térmica para Indústria Petrolífera. [Tese] Universidade Federal de Pernambuco (2015)

ASHBY, M. F.; JONES, D. R. H. Engenharia dos Materiais, volume II. Rio de Janeiro. Elsevier, 2007.

ASHCROFT, N.; MERMIN, N.D. Física do Estado Sólido. São Paulo: Cengage Learning (2010).

ASSOCIAÇÃO DAS INDÚSTRIAS AEROESPACIAIS DO BRASIL. A indústria Aeroespacial Brasileira. Disponível em: <http://www.aiab.org.br/industria-aeroespacial.asp> Acesso em: 16 jan. 2024.

BALÇA, F. A. B.; Otimização de compósitos multifásicos de zircônia para aplicações termomecânicas aeronáuticas. 2022. Dissertação (Mestrado em Engenharia Aeronáutica) – Universidade Beira Interior. Covilhã. Portugal.

BIOPDI. Ensaio de Flexão: Um Guia Completo sobre Testes de Resistência e Propriedades Mecânicas de Materiais. 2023. Disponível em: <https://biopdi.com.br/artigos/ensaio-de-flexao/>. Acesso em: abril. 2023.

BICALHO, L. A. Cerâmicas dentárias à base de ZrO₂ aditivadas com biovidro: Processamento, caracterização estrutural e mecânica. 2009. 309 f. Tese (Doutorado

em Engenharia de Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena, Universidade de São Paulo. Lorena.

BRAGANÇA, S.R.; BERGMANN C.P. Microestrutura e propriedades de porcelanas. Porto Alegre, n. 50, p.291-299, 2004.

BOYCE, M. P. Gas Turbine Engineering Handbook. 2ª. ed. Houston: ButterworthHeinemann, 2002.

BORGES, K. A. Avaliação das variáveis de síntese que afetam significativamente a atividade fotocatalítica do TiO₂ dopado com nitrogênio. 2015. 103. Tese de doutorado Instituto de Química, Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia – MG.

BOSCHI, A. O. Tecnologia de Cerâmicas Avançadas Aplicada a Revestimentos Cerâmicos. Cerâmica Industrial, Vol. 01 (02), pp. 7-9, 1996.

BUSTAMANTE, GLADSTONE; BRESSIANI, JOSE C. A indústria cerâmica brasileira. Cerâmica industrial, 2000.

CAO, J; JI, H; LIU, J; ZHENG, M; CHANG, X; MA, X; ZHANG, A; XU, Q . Controllable syntheses of hexagonal and lamellar mesostructured lanthanum oxide. Materials Letters 59: p. 408, 2005.

COHEN, H.; ROGERS, G. F. C.; SARAVANAMUTTOO, H. I. H. Gas Turbine Theory. 4ª. ed. Harlow: Harlow: Longman Group, 1996.

CALLISTER, W.D. Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução. São Paulo: LTC (2002).

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. Materials Science And Engineering: An Introduction. 8ª. ed. USA: Wiley, 2010.

CALLISTER JR., W. D. Materials Science and Engineering: an Introduction, 7^a edition, John Wiley & Sons, Inc., New York, 2007. 705 p.

CARTER, C. B.; NORTON, M. G. Ceramic materials: Science and engineering. Springer, 2007.

CLARKE, D. R.; OECHSNER, M.; PADTURE, N. P. MRS Bulletin, v. 37, 10, Outubro 2012.

CAO, X.Q., VASSEN, R., STOEVEER, D., 2004, Ceramic materials for thermal barrier coatings, Journal of the European Ceramic Society 24, pp. 1-10.

CONSTANTINO, B.S. Desenvolvimento e produção de revestimento cerâmico baseado em ZrO₂ estabilizada com MgO e incorporação de TiO₂ utilizado como barreira térmica para proteção de peças de seções quentes de turbinas a gás. 2021. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco. Recife.

COSTA, Franciné Alves da. Síntese e sinterização de pós compósitos do sistema W-Cu. 2004. 185 f. Tese (Doutorado) – Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN-SP, São Paulo, 2004.

DANNINGER, H.; ORO CALDERON, R. DE; GIERL-MAYER, C. Powder Metallurgy and Sintered Materials. Em: WILEY-VCH VERLAG GMBH & CO. KGAA (Org.). Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry. Weinheim, Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017, p. 1–57.

D. K.Shetty, "Stress-State Effects on Strength and Fracture of Partially-Stabilized Zirconia," Universidade de Utah, 1994.

DEDAVID, B. A.; GOMES, C. I.; MACHADO, G. Microscopia eletrônica de varredura: aplicações e preparação de amostras. Porto Alegre: EDIPUCRS, 2007.

DICHIARA, A.R., BOEING, C.O. Ceramic tile, for launch vehicles, comprises oxide ceramic matrix composite comprising ceramic fiber, and cured metal oxide ceramic material impregnating ceramic fiber, where core material has surface(s) covered by ceramic matrix composite; Patent number us2005084665-a1, us6969546-b2, 2005.

DOMINGUES, R.O. Desenvolvimento e Produção de Encapsulamentos Cerâmicos Inertes ao Petróleo Cru Baseados em Zirconatos para Fabricação de Sensores de Temperatura para Poços de Petróleo. [Tese] Universidade Federal de Pernambuco, Recife – PE (2020).

DOMINGUES, R.O. Produção e desenvolvimento de cerâmicas perovskitas complexas inertes ao petróleo cru baseadas em níquelatos para fabricação de encapsulamentos de sensores de temperatura para poços de petróleo. [Tese] Universidade Federal de Pernambuco, Recife – PE (2023).

EVANS, A. G; CHARLES, E. A. Fracture Toughness determinations by indentations. J. Am Ceram Soc, v.59, n.7-8, p. 371-372, 1976.

EVANS, A. G.; WILSHAW, To R. Quasi-static solid particle damage in brittle solids—I. Observations analysis and implications. Acta Metallurgica, v. 24, n. 10, p. 939-956, 1976.

FERNANDES, F. M. Tenacidade à fratura no sistema NiCr/cerâmica feldspática utilizados em trabalhos protéticos odontológicos. 2007. 63 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – COPPE, Universidade Federal do Rio de Janeiro. Rio de Janeiro

FERREIRA, Y. C. Caracterização da microestrutura e das propriedades mecânicas de cerâmicas de zircônia parcialmente nanoestruturadas em função da quantidade de Nb₂O₅ para aplicações espaciais. São José dos Campos: INPE, 2010. 42 p. (Relatório científico).

FIOCCHI, A. A. Ciência e tecnologia da manufatura de ultraprecisão de cerâmicas avançadas: lapidorrificação Ud de superfícies planas de zircônia tetragonal

policristalina estabilizada com ítria. 2014. 327 f. Tese (Doutorado em Engenharia Mecânica) – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo. São Carlos

FYKUROKAWA, Fábio Yukio. Estudo híbrido analítico/numérico da equação de difusão bidimensional em sólidos com proteção térmica ablativa. Tese de Doutorado. Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2003.

FONSECA, J.G.P., Refractory ceramics in the context of the fabrication of rocket nozzles: Conventional alumina and industrial waste alumina-silicate refractory compositions. Dissertação de mestrado. Universidade Beira Interior, Covilhã, 2023.

FERNANDES, L. M., Estudo computacional de configurações de resfriamento por filme em turbinas a gás. 2012. 192f. Dissertação de Mestrado em Aerodinâmica, Propulsão e Energia - Instituto Tecnológico de Aeronáutica, São José dos Campos, 2012.

FRANÇA, S.C.A.; COUTO, H.J.B. Análise microgranulométrica - Malvern e Sedigraph. IN: Tratamento de Minérios: práticas laboratoriais. Rio de Janeiro: CETEM/MCTI (2007).

GARCIA, A.; Ensaios dos Materiais. LTC: Rio de Janeiro, 1ª Edição, 2000.

GAUTAM, C. R.; GAUTAM, A.; JOYNER, J.; RAO, J. Zirconia based dental ceramics: Structure, mechanical properties, biocompatibility and applications. The Royal Society of Chemistry, nov. 2016.

GERMAN, R. M. Powder Metallurgy Science. 2ed. Princeton, New Jersey: Metal Powder Industries Federation, 1994.

GLEESON, B., Thermal Barrier Coatings for Aeroengine Applications, Journal of Propulsion and Power, v. 22, no. 2, pp. 376-382, 2006.

GUIMARÃES, A. A. B., Revestimento do tipo barreira térmica em plalhetas de turbinas a gás: estado da arte. Monografia de Engenharia Mecânica. Universidade Federal de Ouro Preto, Minas Gerais, 2019.

GOMES, N. L. Desenvolvimento e produção de compósitos de matriz cerâmica baseado em zircônia-titânia reforçado com óxido de terra-rara para revestimento do sistema de exaustão de turbina aeroespacial. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Pernambuco, 2016.

GONG, J.. Determining Indentation Toughness by incorporating true hardness into mechanics equations. *Journal of European Ceramic Society*, v. 19, n.8, p. 1585-1592,1999.

HEIMANN, R. B. *Classic and advanced ceramics: From fundamentals to applicatios*. WILEY-VCH, 2010.

I. H. García-Páez, R. G. Carrodegua, A. H. D. Aza, C. Baudín e P. Pena. Effect of Mg and Si co-substitution on microstructure and strength of tricalcium phosphate ceramics, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 30, 2014.

P. Jonsén, H.-Å. Häggblad e K. Sommer, "Tensile strength and fracture energy of pressed metal powder diametral compression test," *Powder Technology*, vol. 176, nº 2-3, pp. 148-155, 2007.

LAPA, C.M. *Produção e Desenvolvimento de Cerâmicas Tungstato Perovskitas Complexas para Componentes Cerâmicos de Sensores de Temperatura de Poços de Petróleo*. [Dissertação] Universidade Federal de Pernambuco, Recife – PE (2004).

LAWN, B. R.; WILSHAW, T.R. *Fracture of Brittle Solids*. Cambridge University Press. P. 46-72, 1975.

LUCINDO, V. M. *Produção e caracterização de compósitos de matriz cerâmica (CMC) baseado em zircônia-titânia reforçado com óxido de terra rara para*

revestimento do sistema de exaustão de turbina do setor aeroespacial. Dissertação (Mestrado). Universidade Federal de Pernambuco, 2019.

LUONG, M. P. (1990) Tensile and Shear Strengths of Concrete and Rock. Engineering Fracture Mechanics, Vol. 35, Nos. 1/2/3.

LIMA, S. P. Efeito do alumínio nas propriedades de catalisadores de níquel suportado em óxido de lantânio. 2007. 117 f. Dissertação. (Mestrado em Química) – Universidade Federal da Bahia, Salvador, 2007.

Machado, M. E. S. Análise térmica diferencial e termogravimétrica. 2008.

MATENCIO, Tulio. Importância dos materiais cerâmicos na nossa sociedade. Revista Matéria, v.25, n.1, 2020.

MAIA, L. J.; BOZANO, D. F. Propriedades Termomecânicas da Cerâmica Multifaixa Dopada com Óxido de Lantânio ou Óxido de Cério. Anais do, 2000. v. 14.

MARTINS, R. Implantes de zircônia reforçada com ítria (Y-TZP). Avaliação histomorfométrica. 2013. 175 p. Tese de doutorado - Faculdade de Odontologia de Bauru, Universidade de São Paulo. Bauru, 2013.

MARTENA, M. et al. Modelling of TBC system failure: Stress distribution as a function of TGO thickness and thermal expansion mismatch. Engineering Failure Analysis, Abril 2006.

MEYERS, M. A.; CHAWLA, K.K. Princípios de metalurgia mecânica, Edgard Blucher Ltda, 1982.

MEYERS, A.M.; CHAWLA, K.K., Mechanical behavior of materials. Cambridge: Cambridge University Press, 2009. 856 p.

MENDES, P. F. C. Efeito da adição de Fe_2O_3 nas propriedades da zircônia estabilizada com ítria. 2015. 74 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar De Engenharia. Rio de Janeiro.

MINEIRO, S. L.; MARQUES, R. B. Síntese de pós cerâmicos de óxido de zircônio pelo método de precipitação via ultrassonificação. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE CERÂMICA, 60., 2016, Águas de Lindóia, SP. Anais [...]. Águas de Lindóia, SP: CBC, 2016.

MONTEIRO, Anderson Dias. Obtenção do compósito Nb-Cu via metalurgia do pó. 2016. 71 f. Dissertação (Mestrado em Integridade de Materiais da Engenharia) – Universidade de Brasília, Brasília, 2016.

MORAES, M.C.C.SB. Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias. 2004. 258f. Tese (Doutorado) – Instituto Militar de Engenharia, RJ, 2004.

NBR, ABNT. 7222- Concreto e argamassa—Determinação da resistência à tração por compressão diametral de corpos de prova cilíndricos. Associação Brasileira de Normas Técnicas (2011).

NERIS, A. DE M. Atividade fotocatalítica do TiO_2 e do sistema core-shell $\text{CoFe}_2\text{O}_4@\text{TiO}_2$ obtidos pelo método Pechini modificado. João Pessoa: Universidade Federal da Paraíba, Dissertação (Mestrado), 2014.

NIHARA, K. Fracture mechanics analysis of indentation-induced Palmqvist crack in ceramics. J. Mat. Sci, 1982.

SILVA, N.D.G. Desenvolvimento e produção de revestimentos cerâmicos inertes ao petróleo cru baseados em alumina-titânia reforçados com óxidos de terra rara. Tese (Doutorado). Universidade Federal de Pernambuco, 2020.

OHRING, M. Engineering Materials Science, Academic Press, Londres, 1992. 827 p.

SIMÕES, R.P.; AGUIAR, P.R. Cerâmicas avançadas no processo de retificação cilíndrica externa de mergulho com rebolos diamantados com a técnica da mínima quantidade de lubrificação e refrigeração otimizada, Bauru, São Paulo, v. 57, p. 263-273, 2011.

OLIVEIRA, F. S. Estudo de materiais para fabricação de bocais de motor de foguete a propelente híbrido. 2013. 122f. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas, Universidade de Brasília, Brasília, 2013.

PADILHA, A. F. Materiais de engenharia: Microestrutura e propriedades. Curitiba: Hemus, 2000.

PEREIRA, L. X.; BENEGRÁ, M. Revestimentos Alternativos para palhetas de turbinas resistentes a oxidação. In: 5º Seminário de Iniciação Científica, 2011, Curitiba. 12º Caderno de Iniciação Científica. Curitiba: Associação Franciscana de Ensino Senhor Bom Jesus, 2011. v. 1. p. 359-378.

PEREIRA, Caio César de Souza. Estudo da microestrutura e microdureza do compósito de magnésio e óxido de nióbio produzido através da metalurgia do pó. 2017. 119 f. Dissertação. (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de São João del Rei, São João del Rei, 2017

PALMERIO, A.F. Engenharia de Sistemas de Lançadores de Cargas Úteis e Satélites. São José dos Campos: Instituto de Aeronáutica e Espaço, 2001.

POLYAEV, V.M., BURKALTSEV, V. A. Liquid propellant rocket engines, Thermal to mechanical energy conversion: Engines and requirements – Vol.II, Department of rocket engines, Bauman Moscow State Technical university, Russia, 2002.

PADTURE, N. P.; GELL, M.; JORDAN, E. H. Thermal Barrier Coatings for Gas-Turbine Engine Applications. Science, 12 Abril 2002.

QUEIROZ, M.; MATIAS, R. Básico de Turbinas a Gás. Petrobras, 2003.

RAHAMAN, M.N. Ceramic processing and sintering. New York: Marcel Dekker (1995).

RAMALHO, A.; ROSAS, R. Petrobras: Produção de petróleo no Brasil deve crescer 38% até 2022. 2017. Disponível em: [https://valor.globo.com/empresas/noticia/2017/12/21/](https://valor.globo.com/empresas/noticia/2017/12/21/petrobras-producao-de-petroleo-no-brasil-deve-crescer-38-ate-2022.ghtml) petrobras-producao-de-petroleo-no-brasil-deve-crescer-38-ate-2022.ghtml>. Acesso em: 05 jun. 2024.

RÊGO, S. A. B. C.; FERREIRA, R. A. S.; YADAVA, Y. P. Uso de óxidos de alumínio, titânio e cério na produção de compósitos cerâmicos para revestimento protetor de tanques de armazenamento e transporte de petróleo cru. 56° Congresso Brasileiro de Cerâmica, Curitiba-PR, 2012.

RIBEIRO, M.; ABRANTES, J. C. C. Moagem em moinho de bolas: Estudo de algumas variáveis e otimização energética do processo. Cerâmica Industrial, v. 6, n. 2, p. 7–11, 2001.

ROLLS-ROYCE. The Jet Engine. 5th. ed. [S.l.]: Wiley, 2005.

ROCHA, C.D. Estudo do Processamento da Alumina Visando Aplicação em Geometria Hemisférica. [Dissertação] Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro – RJ (2011).

RODRÍGUEZ, C. et al. Strength of advanced ceramics by the Small Punch Test. Proposal of a simple empirical equation for the Weibull effective volume. Journal of the European Ceramic Society, v. 42, n. 16, p. 7620–7630, 1 dez. 2022.

SANTOS, A. A.; CHRISTIE, C. M.; MARUYAMA, N. H.; GENOVA, L. A. Relação entre variáveis de processo e as curvas de compactação e microestruturas obtidas. In: Congresso Brasileiro de Cerâmica, 55. Anais. Porto de Galinhas: 2011.

SALEIRO, G. T.; CARDOSO, S. L.; HOLANDA, J. N. F. Avaliação das fases cristalinas de dióxido de titânio suportado em cerâmica vermelha. *Cerâmica*, Campos dos Goytacazes, v. 56, p.162-167, 2010.

SANTOS, H. E. S. Propriedades mecânicas da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria submetida à degradação hidrotérmica. 2012. 140 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) - Instituto Militar De Engenharia. Rio de Janeiro.

SANTOS, T. W. G. Desenvolvimento e estudo das propriedades mecânicas e características microestruturais do compósito cerâmico baseado em alumina zircônia aplicado em revestimentos e proteções de tanques de petróleo cru. 2011. 72p. Dissertação de Mestrado - Departamento de Engenharia Mecânica, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, 2011.

SEBBOWA, Theresa Mirembe. Surface Modification of a Titanium Alloy via Electro spraying for Biomedical Engineering Applications. 2013. 265 f. Tese. (Doutorado em Engenharia Mecânica) – University College London, Londres, 2013. Disponível em: <<https://discovery.ucl.ac.uk/id/eprint/1409531/>> Acesso em: 05 mar. 2024.

SERGEJEV, F.; ANTONOV, M. Comparative study on indentation fracture toughness measurements of cemented carbides. In: *Estonian Acad. Sci. Eng. Proc.* Tallinn: 2006.

SCHACHT, M., BOUKIS, N., DINJUS, E., et al. Corrosion of zirconia ceramics in Acidic solutions at High Pressures and Temperatures, *Journal of the European Ceramic Society*, v. 18, pp. 2373-2376, 1998.

SHACKELFORD, J. F. *Ciência dos materiais*. São Paulo: Pearson Prentice Hall, 2008.

SHAW, N.J. Densification and Coarsing During Solid State Sintering of Ceramics - A Review of the Models Densification, Powder Metallurgy International, v. 21, n. 3, pp. 16-21 (1989).

SILVA, A.G.P., JÚNIOR, C.A. A Sinterização Rápida: sua Aplicação, Análise e Relação com as Técnicas Inovadoras de Sinterização. Cerâmica (online), v. 44, n.290, pp. 225-232 (1998).

SMITH, W. F. Princípios de ciência e engenharia dos materiais. Mc Graw-Hill de Portugal Ltda., 3ª Edição, 1998.

SUNG SUNG RYUL CHOI, JOHN W. HUTCHINSON , A.G. EVANS, 1999

SUTTON, G. P., BIBLARZ, O. Rocket propulsion elements: an introduction to the engineering of rockets, 7th ed, 2001.

SUZUKI, H.; MATSUBARA, H. Modeling of Microstructures in Liquid-Phase Sintered Ceramics, JFCC-Review part 2, Vol. 11, p. 353-354, 1999.

SOUZA, L. A. Dissertação de mestrado. UFOP. Efeito Da Barreira Térmica Em Uma Palheta Aisi 316 Utilizada Para Turbina A Gás, 2017.

SOUZA, S.A. Ensaios mecânicos de materiais metálicos – Fundamentos teóricos e práticos. São Paulo: Edgard Blucher (1982).

SOUSA, D. B. Microusinagem a verde de cerâmica avançada. 2019. 168 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Universidade Federal de Uberlândia, Uberlândia, 2019. Disponível em: <<https://repositorio.ufu.br/handle/123456789/26941>> Acesso em: 5 mar. 2024.

SOUSA, A. G. Estudo da viabilidade de fabricação de ferramenta de corte em cerâmica baseada em alumina-titânia reforçada com óxido de lantânio. [Dissertação], Universidade Federal de Pernambuco, 2013.

SOUZA, S. A.; Ensaio Mecânicos de Materiais Metálicos. Edgard Blucher: São Paulo, 5ª Edição, 1982.

SCHLOESSER, J., FEDOROVA, T., BÄKER, M. and RÖSLER, J. Thermal Barrier Coatings on Copper Substrates for Rocket Applications, Journal of Solid Mechanics and Materials Engineering, Vol.4, N° 2, pp.189-195, 2010.

SUN, Y; CAI, Z.; FU, J. Particle morphomics by highthroughput dynamic image analysis. Scientific Reports, v. 9:9591, 2019.

TROITZSCH, U. TiO₂-doped zirconia: Crystal structure, monoclinic-tetragonal phase transition, and the new tetragonal compound Zr₃TiO₈. J. Am. Ceram. Soc., v. 89, n. 10, p. 3201–3210, 2006.

VLACK, L.H. VAN. Propriedades dos Materiais Cerâmicos. São Paulo: Campus (1984).

WANG, J.; STEVENS, R. Review zircônia-toughebed alumina (ZTA) ceramics. J.Mat. Science. V. 24, p. 3421-3440, 1989.

WEI, W. C.; LIN, Y.P. Processing character of MgO partially stabilized zirconia (PSZ) in size grading prepared by injection molding, Journal of the European Ceramic Society, v. 18, pp. 2107-2116, 1998.

WELLS, A. F. Structural inorganic chemistry. 4th ed ed. Oxford: Clarendon Press, 1975.

WU, Z. G.; ZHAO, Y. X.; LIU, D. S. The synthesis and characterization of mesoporous silica-zirconia aerogels. Microporous and Mesoporous Materials, v. 68, p. 127-132, 2004.

YOKOYAMA, M. Obtenção e Caracterização de Compósitos e Nanocompósitos de Alumina-Diamante. [Dissertação] Universidade São Francisco, Itatiba – SP (2008)

ZANOTTO, E., MIGLIORE, A. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: Uma introdução. *Cerâmica*, v.37, p.7-16, 1991.

ZHAO, S. K.; XU, C. H. Effects of CeO₂ on the mechanical property and microstructure of 3Y-TZP nanocomposite ceramic die material. *Key Engineering Materials*, v. 42, p. 434-435, 2010.

KARAOGLANLI, A.C.; OZGURLUK, Y; GULEC A.; OZKAN D.; BINAL, G. Effect of coating degradation on the hot corrosion behavior of yttria-stabilized zirconia (YSZ) and blast furnace slag (BFS) coatings, *Surface and Coatings Technology*. *Surface and Coatings Technology*, Turquia, v. 473, p. 1-13, 2023. Disponível em: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0257897223007752>.

KAW, A. K. *Mechanics of composite materials*. 2nd ed ed. Boca Raton, FL: Taylor & Francis, 2006.

KITTEL, C. *Introdução à Física do Estado Sólido*. São Paulo: LTC (2006).

KURANAGA, C.; RIBEIRO, F. S. A.; FIGUEIROA, M. Estudo da sinterização da zircônia dopada com óxidos de terras raras a 5 GPa de pressão. *Cerâmica*, v. 51, n. 318, p. 163-167, 2005.