

UNIVERSIDADE FEDERAL DO TRIÂNGULO MINEIRO  
INSTITUTO DE CIÊNCIAS TECNOLÓGICAS E EXATAS  
MESTRADO PROFISSIONAL EM INOVAÇÃO TECNOLÓGICA

RAPHAEL SILVA LINS

**Análise das variáveis existentes na usinagem de blocos de  
Zircônia estabilizada com 3% de Ítria e a possível  
reutilização do cavaco produzido**

UBERABA-MG

2019

RAPHAEL SILVA LINS

**Análise das variáveis existentes na usinagem de blocos de Zircônia estabilizada com 3% de Ítria e a possível reutilização do cavaco produzido**

Projeto de Pesquisa apresentada ao Programa de Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica da Universidade Federal do Triângulo Mineiro como requisito parcial para obtenção do título de mestre.

Orientador: Prof. Dr. Mário Sérgio da Luz.

Coorientador: Prof. Dr. Vitor Tomaz  
Guimarães Naves.

UBERABA-MG

2019

**Catálogo na fonte: Biblioteca da Universidade Federal do  
Triângulo Mineiro**

L733a

Lins, Raphael Silva

Análise das variáveis existentes na usinagem de blocos de Zircônia estabilizada com 3% de Ítria e a possível reutilização do cavaco produzido / Raphael Silva Lins. – 2019.  
72 f. : il., graf., tab.

Dissertação (Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica) --  
Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, 2019  
Orientador: Prof. Dr. Mário Sérgio da Luz  
Coorientador: Prof. Dr. Vitor Tomaz Guimarães Naves

1. Odontologia. 2. Micro-ondas. 3. Sinterização. 4. Usinagem. 5.  
Cerâmicas dentárias. 6. Reciclagem. I. Luz, Mário Sérgio da. II.  
Universidade Federal do Triângulo Mineiro. III. Título.

CDU 616.314:658.567

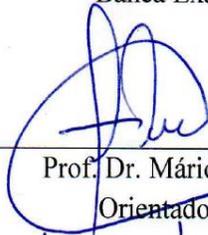
RAPHAEL SILVA LINS

ANÁLISE DE VARIÁVEIS EXISTENTES NA USINAGEM DE BLOCOS DE  
ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM 3% DE ÍTRIA E A POSSÍVEL  
REUTILIZAÇÃO DO CAVACO PRODUZIDO

Trabalho de conclusão apresentado ao  
Programa de Mestrado Profissional em  
Inovação Tecnológica da Universidade Federal  
do Triângulo Mineiro, como requisito para  
obtenção do título de mestre.

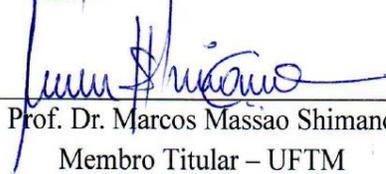
Uberaba, 09 de dezembro de 2019

Banca Examinadora:



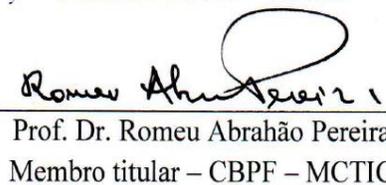
---

Prof. Dr. Mário Sérgio da Luz  
Orientador – UFTM



---

Prof. Dr. Marcos Massao Shimano  
Membro Titular – UFTM



---

Prof. Dr. Romeu Abrahão Pereira  
Membro titular – CBPF – MCTIC

## **AGRADECIMENTOS**

Primeiramente, a Deus, por tudo, pelo dom da vida, pela saúde, pela paciência, pela disposição e por jamais me deixar abater frente aos momentos difíceis.

Aos meus pais, Sérgio Ricardo Lins e Fatima Gomes da Silva, pelos conselhos e ensinamentos ao longo desta caminhada denominada vida.

À minha esposa Viviane que tem sido fundamental no meu crescimento profissional e familiar.

Aos meus filhos Guilherme e Heitor por me proporcionarem a dádiva que é ser pai, tendo a missão de transformá-los em homens justos e fiéis a Deus, cumprindo seus mandamentos e sempre amando ao próximo como a si mesmos.

Aos Msc. Antônio Carlos Lemos Junior e Msc. Júlio Cesar Martins Deamo pelo apoio durante os preparatórios para os testes de sinterização por micro-ondas.

Ao engenheiro Marco Túlio Cesário pelo auxílio na realização dos ensaios de microdureza nos corpos de provas sinterizados.

Ao Prof. Dr. Mário Sérgio da Luz, por se disponibilizar para me orientar, pela transferência de conhecimento, pelas dicas, pela paciência, e pela agradável convivência durante o Programa; um exemplo de humildade e dedicação à docência.

Ao Prof. Dr. Vítor Tomaz Guimarães Naves, por se disponibilizar para me coorientar, sempre disposto a uma conversa motivacional.

Aos membros da Banca por disponibilizarem o seu tempo para assistir à apresentação do meu trabalho e propor as devidas correções.

À UFTM por disponibilizar um horário especial de estudante para que eu realizasse meu sonho de me intitular mestre.

Ao programa de pós-graduação em Engenharia Mecânica - UFU e à Escola de Engenharia de Lorena – USP por disponibilizarem seus microscópios eletrônicos de varredura para realização desta pesquisa.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pelo apoio ao Programa de Mestrado em Inovação Tecnológica – PMPIT/UFTM.

“Tudo vale a pena se a alma não é pequena”.

Fernando Pessoa

**LINS, R. S. Análise das variáveis existentes na usinagem de blocos de Zircônia estabilizada com 3% de Ítria e a possível reutilização do cavaco produzido.**

2019. 72f. Dissertação (Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica).

Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, 2019.

## **RESUMO**

A produção de microcomponentes biocompatíveis tem impulsionado áreas como a médica e a odontológica exigindo a entrega de próteses e microcomponentes personalizados de alta ou ultra precisão. As Zircônias Tetragonais Policristalinas estabilizadas com Ítria (Y-TZP) são preferencialmente cerâmicas óxidas que apresentam em sua composição uma fase vítrea e uma ou mais fases cristalinas, que desempenham um papel importante na restauração dentária e na usinagem de coroas e próteses parciais fixas. Para tal, peças previamente prensadas e parcialmente sinterizadas são usinadas até o formato ideal, utilizando um processo de fabricação de geometria definida denominado fresamento, comparando o rendimento de fresa de topo de metal duro (WC-Co) de duas arestas de corte em relação a de quatro arestas de corte. O cavaco gerado, pós de Y-TZP, que geralmente é descartado no processo de manufatura, foi objeto de estudo a fim de demonstrar a viabilidade de reutilização. Para isso, foram construídas barras retangulares de acordo com a norma ISO 6872 utilizando uma prensagem uniaxial e uma pressão de 100 Mpa. Estas barras foram sinterizadas utilizando um forno de energia a micro-ondas, a uma temperatura de 1450 °C, durante 15 minutos. O tempo total do processo entre aquecimento e resfriamento foi de 2 horas e 30 minutos. Após a sinterização, os corpos de prova apresentaram uma redução volumétrica média de 49%. As barras foram submetidas ao ensaio destrutivo de microdureza Vickers. Ao realizar as impressões, foram detectadas durezas de até 1305 HV. Estes valores encontrados são compatíveis com blocos sinterizados comerciais, foram realizados controles dimensional e geométrico das amostras para caracterização da viabilidade de reciclagem deste refugo industrial.

Palavras chaves: Odontologia, sinterização por Micro-ondas, Ensaio destrutivos, Usinagem.

LINS, R. S. **Analysis of the existing variables in the machining of zirconia stabilized blocks with 3% Itria and the possible reuse of the swarf produced.** 2019. 72f. Dissertação (Mestrado Profissional em Inovação Tecnológica). Universidade Federal do Triângulo Mineiro, Uberaba, MG, 2019.

### **ABSTRACT**

The production of biocompatible microcomponents has driven areas such as medical and dental ones requiring the delivery of high or ultra-precision custom prostheses and microcomponents. Polycrystalline Tetragonal Zirconia stabilized with Itria (Y-TZP) are preferably oxide ceramics which present in their composition a vitreous phase and one or more crystalline phases, which play an important role in dental restoration and machining of crowns and fixed partial prostheses. To this end, previously pressed and partially sintered parts are machined until it reaches the ideal format, using a defined geometry manufacturing process called milling, comparing the efficiency of hard metal top milling (WC-Co) of two cutting edges in relation to four cutting edges. The swarf generated after Y-TZP, which is usually discarded in the manufacturing process, was the object of study in order to demonstrate the feasibility of reuse. For this, rectangular bars were constructed according to ISO 6872 using uniaxial pressing and a pressure of 100 Mpa. These bars were sintered using a microwave energy oven at a temperature of 1450 °C for 15 minutes. The total process time between heating and cooling was 2 hours and 30 minutes. After sintering, the specimens presented an average volumetric reduction of 49%. The bars were submitted to the destructive vickers microhardness test. When performing the prints, hardness of up to 1305 HV was detected. These values found are compatible with commercial sintered blocks, dimensional and geometric controls of the samples were performed to characterize the recycling viability of this industrial refuse.

Keywords: Dentistry, Microwave sintering, Destructive testing, Machining.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Representação esquemática das estruturas polimórficas da zircônia: os átomos de oxigênio são representados por esferas brancas e átomos de Zircônio por esferas pretas.....	22
Figura 2 – Diagrama P-T de fases da Zircônica .....	23
Figura 3 – Estrutura tetragonal da $ZrO_2 - Y_2O_3$ .....	23
Figura 4– Movimentos ativos de corte que realizam remoção de cavaco.....	26
Figura 5 - Tipos de Fresamento.....	27
Figura 6 - Tipos de desgaste de ferramentas de corte .....	29
Figura 7– Variação do raio de aresta oriundo do desgaste da fresa ( $r_2 > r_3 > r_1$ ) .....	30
Figura 8 – Média da rugosidade superficial ( $R_a$ ) em função do avanço e velocidade de corte.....	31
Figura 9– Padrão de Aquecimento .....	33
Figura 10– Representação do diamante de penetração e medidas diagonais da impressão.....	41
Figura 11- Sistema de fixação. ....	45
Figura 12 – Geometria a ser usinada. ....	46
Figura 13 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo TM3000, marca Hitachi.....	47
Figura 14 - Tela do software GIMP 2.6 fresa com 2 arestas de corte utilizando camada branca (esquerda) e microfresas com 4 arestas de corte utilizando camada cinza (direita). ....	48
Figura 15– Tela do Software IMAGE J. Desgaste da fresa com 2 arestas de corte (esquerda) e fresa com 4 arestas de corte no término da cavidade retangular 3(direita). ....	48
Figura 16 – Medição de rugosidade na cavidade retangular 1 .....	49
Figura 17 – Peneiras para padronizar granulometria .....	50
Figura 18 – Pesagem para padronização dos corpos de prova antes da sinterização .....	50

Figura 19 – Prensagem do cavaco de Y-TZP em Matriz bi-partida .....	51
Figura 20 – Forno Microondas 1700 °C–FMO 1700, Marca FORTELAB de 1,2KW a 2,45GHz; .....	51
Figura 21 - Microdurômetro eletrônico HM-102.....	52
Figura 22– Sequência de usinagem e dimensões em milímetros (esquerda), bolsas retangulares usinadas (direita).....	53
Figura 23 – Desgaste do raio de arestas de corte ao término da cavidade retangular 3. A esquerda está a fresa com 2 arestas de corte e a direita a fresa com 4 arestas de corte.....	54
Figura 24 – Vista de topo das arestas de corte ao término da cavidade retangular 4 .....	54
Figura 25 – Desgaste de flanco da fresa de metal duro com 1mm de diâmetro em função do volume teórico. ....	56
Figura 26 – Rugosidade Superficial (Ra) no fundo de cavidades retangulares em função do desgaste da fresa de metal duro de diâmetro de 1mm com parâmetros de corte constantes: n=10000 rot/min, fz=10 µm/dente e ap 100 µm. ....	57
Figura 27 – Taxa de aquecimento e patamar de sinterização.....	58
Figura 28– Amostra antes (a esquerda) e após a sinterização (a direita).....	59
Figura 29– Ensaio de Microdureza Vickers .....	60
Figura 30– Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados.....	61
Figura 31 – Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados comparado ao difratoograma simulado para a estrutura tetragonal.....	62
Figura 32 – Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados comparado ao difratoograma simulado para a estrutura Cúbica (em azul). As setas indicam a presença de fase monoclinica. ....	63

## LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Comparação entre o uso da MS e CS para Y-TZP .....	39
---	----

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades mecânicas e físicas dos blocos de zircônia estabilizados com ítria disponibilizados pelas empresas ProtMat e Vita .....	24
Tabela 2 – Características da Zircônia estabilizada com Ítria. ....	44
Tabela 3 – Tempo total de usinagem.....	46

## LISTA DE ABREVIATURAS, SÍMBOLOS E SIGLAS

°C – graus Celsius (unidade de temperatura)

ae – Penetração de trabalho

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Óxido de alumínio ou Comercialmente denominada Alumina

ap – Profundidade de Corte

APC – Aresta Postiça de Corte

ASTM – Sociedade Americana para Materiais e Testes

Bq – becquerel (corresponde a uma desintegração nuclear por segundo, 1s<sup>-1</sup>)

CAD – Desenho Assistido por Computador

CAM – Manufatura Assistida por Computador

CaO – Óxido de Cálcio

CeO<sub>2</sub> – Óxido de Cério

CIMM – Centro de Informações Metal Mecânica

cm<sup>2</sup> – centímetros quadrado ( unidade de área)

cm<sup>3</sup> – centímetros cúbico ( unidade de volume)

CNC – Comando Numérico Computadorizado

CS – Método de Sinterização Convencional por Resistência Elétrica

Cut-off – Comprimento de Amostragem

DNPM – Departamento Nacional de Produção Mineral

DRX – Difractometria de raios X

F – Força

fz – avanço por dente

g - grama (unidade de referência para medida de peso)

GPa – Mega Pascal (unidade de pressão 10<sup>9</sup> Pascal)

h. – hora (unidade de tempo)

HEBM – Moagem de Bolas de Alta Energia

HV – Vickers (Unidade para medida de microdureza)

HV 1 – Ensaio de Microdureza com carga de 1000 gramas de força com diamante piramidal de bases iguais e com ângulo entre as faces de 136°.

ISO – Organização Internacional para Padronização

Kgf – Quilograma força ( $10^3$  gramas)  
MEV – Microscópio Eletrônico de Varredura  
MgO – Óxido de Magnésio  
min. – minutos (unidade de tempo)  
mm – milímetro (unidade de medida  $10^{-3}$  metro)  
MPa – Mega Pascal (unidade de pressão  $10^6$  Pascal)  
MS – Método de Sinterização por Micro-ondas  
n – número de rotações por minuto  
NaCl – Cloreto de Sódio  
(Ra) - Desvio aritmético de rugosidade superficial médio  
rpm – rotações por minuto  
TiAlCrSiCN – Titânio, Alumínio, Cromo, Silício, Carbono e Nitrogênio  
Vc – Velocidade de Corte  
Vf – Velocidade de Avanço  
WC-Co – Carbetos de Tungstênio com fase ligante Cobalto  
Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Óxido de Ítrio  
Y-TZP – Zircônia Tetragonais Policristalinas estabilizadas com Ítria  
ZrO<sub>2</sub> – Óxido de Zircônio  
ZrO<sub>2</sub> -Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – Zircônia estabilizada com 3% Ítria  
µg – Micrograma (unidade de peso  $10^{-6}$  grama)  
µm – Micrometro (unidade de medida  $10^{-6}$  metro)

## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	<b>17</b>
<b>2</b>	<b>OBJETIVO</b> .....	<b>19</b>
2.1	OBJETIVO GERAL .....	19
2.2	OBJETIVOS EPECÍFICOS .....	20
<b>3</b>	<b>REFERENCIAL TEÓRICO</b> .....	<b>20</b>
3.1	MATERIAL CERÂMICO DE ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM ÍTRIA ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ) .....	20
3.1.1	Propriedades físicas e químicas da zircônia .....	21
3.1.2	Propriedades mecânicas da zircônia parcialmente estabilizada com ítria.....	24
3.2	PROCESSOS DE USINAGEM E FABRICAÇÃO .....	25
3.2.1	Movimentos característicos dos processos de usinagem .....	25
3.2.2	Desgaste em ferramentas de corte .....	28
3.2.3	Rugosidade Superficial .....	31
3.3	SINTERIZAÇÃO.....	32
3.3.1	Sinterização convencional por resistência elétrica (CS).....	34
3.3.2	Sinterização por Micro-ondas (MS).....	35
3.3.3	Sinterização: micro-ondas X convencional.....	37
3.3.4	Ensaio de Microdureza VICKERS .....	40
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	<b>42</b>
4.1	EQUIPAMENTOS .....	42
4.2	METODOLOGIA .....	43
4.2.1	Processo de usinagem do material cerâmico pré sinterizado $ZrO_2 - Y_2O_3$ .....	43
<b>5</b>	<b>RESULTADOS, ANÁLISES E DISCUSSÃO</b> .....	<b>53</b>
5.1	USINAGEM DE MATERIAL CERÂMICO PRÉ SINTERIZADO $ZrO_2 - Y_2O_3$ .....	53
5.2	SINTERIZAÇÃO.....	57
<b>6</b>	<b>CONCLUSÃO</b> .....	<b>64</b>
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	<b>65</b>
	<b>APÊNDICE A – Desenho Técnico de Sistema de Fixação do bloco de Zircônia</b> .....	<b>69</b>

<b>APÊNDICE B – Desenho técnico do molde bipartido em aço 1045 temperado.....</b>	<b>71</b>
---	-----------

## 1 INTRODUÇÃO

A grande área de pesquisa de materiais cerâmicos contribui efetivamente para o desenvolvimento tecnológico do Brasil. Segundo STEVENS (1991), os materiais cerâmicos podem ser utilizados nas mais diferentes áreas, como a biomédica, ressoadores dielétricos, entre outras. Entretanto, Hannink, Kelly e Muddle (2000) afirmam que a área aeroespacial tem merecido grande atenção das pesquisas aplicadas em cerâmicas avançadas, devido a necessidade de requerer rigidez no controle de qualidade, rigor nas análises das propriedades mecânicas e eficiência em meios ambientais críticos. O intuito das pesquisas em cerâmicas é corrigir as características de alta fragilidade e baixa resistência ao choque, presentes nas cerâmicas naturais e convencionais, e encontrar propriedades como leveza, alta resistência mecânica, capacidade de resistir a ambientes que alternem amplas faixas de temperatura, alta resistência a corrosão e oxidação, resistência a flexão, e tenacidade à fratura.

Três aspectos básicos impulsionam os trabalhos de pesquisa e desenvolvimento com os materiais cerâmicos: o desenvolvimento de novas tecnologias inacessíveis com materiais convencionais; a grande perspectiva de substituição para materiais escassos e/ou estratégicos; e a expectativa de uma dupla economia pela redução dos custos de extração e produção juntamente com a excepcional relação custo/desempenho (PEREIRA, 2009, p.2).

Os materiais com base em cerâmicas de Zircônia ( $ZrO_2$ ) possuem propriedades mecânicas excepcionais, tais como: resistência à corrosão, resistência ao desgaste, dureza a quente e tenacidade à fratura. Assim, estes materiais apresentam menor fragilidade e maior vida útil em detrimento de outras cerâmicas óxidas, como por exemplo a alumina ( $Al_2O_3$ ). Segundo dados do Departamento Nacional de Produção Mineral (DNPM, 2018), a zircônia é um material cerâmico bastante empregado em revestimento de reatores nucleares, devido às suas propriedades de baixa captura e de alta absorção de nêutrons, desde que não apresente Háfnio em sua composição

(como impureza). Na indústria química, é um material utilizado em equipamentos resistentes à corrosão e na indústria eletrônica, utilizado em placas e filamentos.

As cerâmicas com base em Zircônia estabilizada são reconhecidas pelas suas propriedades mecânicas. A Zircônia pura é polimórfica apresentando três estruturas cristalinas: monoclinica, tetragonal e cúbica. A fase monoclinica é estável até 1173°C, a fase tetragonal é estável até 2370°C e a fase cubica, até a temperatura de fusão de 2680°C (SOUZA;NONO,2006). Porém, a Zircônia pura, na sua estrutura cristalina monoclinica, é frágil como as cerâmicas convencionais. Para obter a estrutura tetragonal ou cúbica, utilizam-se dopantes como, Ítria ( $Y_2O_3$ ), Céria ( $CeO_2$ ), entre outros, que possibilitam a aparição de propriedades atrativas.

A Zircônia estabilizada com Ítria tem revolucionado a técnica de restauração dentária promovendo uma grande mudança estabelecida pelo uso de materiais cerâmicos em próteses odontológicas, pois estas apresentam evidentes vantagens, como a estética, biocompatibilidade e resistência mecânica, especialmente na eliminação da subestrutura metálica das restaurações (HENCH; POLAK, 2002; GUERRIERI; MIGUELI, 1982).

Para conseguir componentes cerâmicos com resistência à flexão e tenacidade à fratura altas, é importante que haja o processamento do pó de zircônia. O propósito do processamento é a produção de pó fino de alta reatividade para diminuir a quantidade de defeitos microestruturais na cerâmica, atingindo uma densificação máxima ao longo da etapa de sinterização. A qualidade do produto final, e as etapa subsequentes nos processos cerâmicos, são estabelecidas através das propriedades do pó inicial (tamanho, forma, estado de agregação e distribuição de tamanho das partículas). Para formar um corpo no formato desejado e com resistência considerável para o manuseio, é indispensável que se aplique o método de compactação dos pós, que consiste na prensagem do pó em um molde. Para diminuir os gradientes de densidade provenientes das características do método e do estado de aglomeração do pó, é necessário que a compactação seja adequada (CUTLER,1992; GROZA, 1996).

O trabalho com ferramentas de corte de geometria definida pode ser aplicado ao pó compactado, ou até mesmo em sua fase pré-sinterizada, a fim de atingir uma

forma desejada. O processo de fresamento é um dos mais usuais na usinagem, devido à sua flexibilidade na combinação de movimentos, ferramentas e de peças, podendo gerar várias superfícies que podem ser planas, curvas, angulares, tão bem como canais com perfis especiais e furos com diversos tipos de acabamento, através da remoção progressiva do material excedente utilizando avanço e ferramentas rotativas multicortantes (REBEYKA, 2016).

Dias (2015) afirma, que sustentabilidade é o termo usado para definir ações e atividades humanas que visam suprir as necessidades atuais dos seres humanos, sem comprometer o futuro das próximas gerações. Ela está diretamente relacionada ao desenvolvimento econômico e material sem agredir o meio ambiente, usando os recursos naturais de forma inteligente para que esses recursos se mantenham no futuro.

Com base no exposto anteriormente e visando o desenvolvimento de uma tecnologia nacional, pautada na sustentabilidade, o presente trabalho propõe a análise dos parâmetros de cortes no processo de usinagem de placas pré-sinterizadas de Zircônia estabilizada com 3% de Ítria ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ). Além disso, esta dissertação apresenta uma metodologia de reciclagem do material excedente, proveniente do fresamento, denominado cavaco, através da compactação uniaxial de corpos de prova, sem fase líquida, e sua sinterização em forno de micro-ondas.

## **2 OBJETIVO**

### **2.1 OBJETIVO GERAL**

O objetivo principal deste trabalho é: 1) analisar os parâmetros de cortes, no processo de usinagem de placas pré-sinterizadas de Zircônia estabilizada com 3% de Ítria ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ), utilizando fresas de metal duro, 2) estudar a viabilidade de reaproveitamento do cavaco gerado através do método de sinterização por micro-ondas.

## 2.2 OBJETIVOS EPECÍFICOS

- 1) Quantificar o desgaste de fresas de metal duro (WC-Co) durante a usinagem do material cerâmico pré-sinterizado de  $ZrO_2 - Y_2O_3$ ;
- 2) Estudar a influência do desgaste da ferramenta no acabamento superficial do bloco cerâmico;
- 3) Analisar os efeitos dos parâmetros de corte adotados na pesquisa, correlacionando custo-benefício entre fresas de duas e quatro arestas de corte;
- 4) Analisar os parâmetros adotados para o processo de sinterização por micro-ondas de cavacos e as propriedades mecânicas obtidas;
- 5) Propor um método de reciclagem dos cavacos gerados no processo de fresamento do material cerâmico pré-sinterizada de  $ZrO_2 - Y_2O_3$ .

## 3 REFERENCIAL TEÓRICO

### 3.1 MATERIAL CERÂMICO DE ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM ÍTRIA ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ).

Assim como os metais, as cerâmicas possuem uma estrutura em escala atômica, sendo uma estrutura cristalina para as cerâmicas cristalinas ou uma estrutura amorfa para as cerâmicas vítreas.

A Zircônia é uma cerâmica em crescente expansão e utilização na indústria devido as suas propriedades de resistência química, alta dureza, alta resistência em altas e baixas temperaturas de operação, rigidez dielétrica e refratariedade. No entanto, possuem baixa resistência a flexão e baixa tenacidade à fratura (ASSIS, 2008).

Segundo Assis (2008), os primeiros estudos com cerâmicas com base em zircônia, objetivando o aumento da dureza e resistência a fratura, culminaram em aplicações como cerâmica estrutural em motores a combustão, palhetas de turbinas, ferramentas de corte, e como eletrólitos sólidos (sensores de oxigênio, células de combustível, bombas de oxigênio). Na medicina, devido a sua excelente biocompatibilidade, a Zircônia é utilizada em próteses e em reconstituição de partes

ósseas. Na odontologia, ela tem sua aplicação em estruturas de cerâmica, componentes de implantes e também nas restaurações.

Na Zircônia parcialmente estabilizada, podem ocorrer algumas transformações estruturais, do tipo martensíticas, no momento em que, a elas, sejam aplicadas forças ou tensões. Esta transformação resulta em um material mais tenaz, o que dá a este material uma característica importante para sua seleção. Kelly e Denry (2007, *apud* Pinheiros, 2008), lembra que é possível a utilização da Zircônia parcialmente estabilizada em temperatura ambiente, através da adição de óxidos metálicos como a magnésia (MgO), a Céria (CeO) e a Ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), pois a transformação da fase tetragonal para monoclinica produz uma expansão volumétrica de 3 a 5% em volume.

Para Santos e Castanho (2008), a obtenção do óxido de ítrio é originário de um processo químico de minérios com a presença de elementos lantanídeos, que são conhecidos como elementos de terras raras. Os óxidos de ítrio possuem as características físicas como: a estrutura cristalina cúbica e alto índice de refração, alta condutividade térmica e elevado ponto de fusão.

Segundo Belini, Pires e Sigoli (2007), os óxidos de ítrio têm apresentado um grande crescimento, tão bem com suas aplicações com terras raras devido à baixa energia e solubilidade a certos íons. É bastante utilizado em tubos catódicos, catalisadores, materiais supercondutores, ímãs permanentes e cerâmicas finas.

### **3.1.1 Propriedades físicas e químicas da Zircônia**

De acordo com Ahby e Jones (2014), a Zircônia é uma cerâmica na qual as ligações predominantes são iônicas formadas por um metal e um não-metal, assim como o cloreto de sódio (NaCl), óxido de magnésio (MgO), e a alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). A ligação entre os metais e não-metais é realizada, pois possuem cargas elétricas diferentes. Portanto, grande parte das ligações ocorre pela atração eletrostática entre as diferentes polaridades dos materiais.

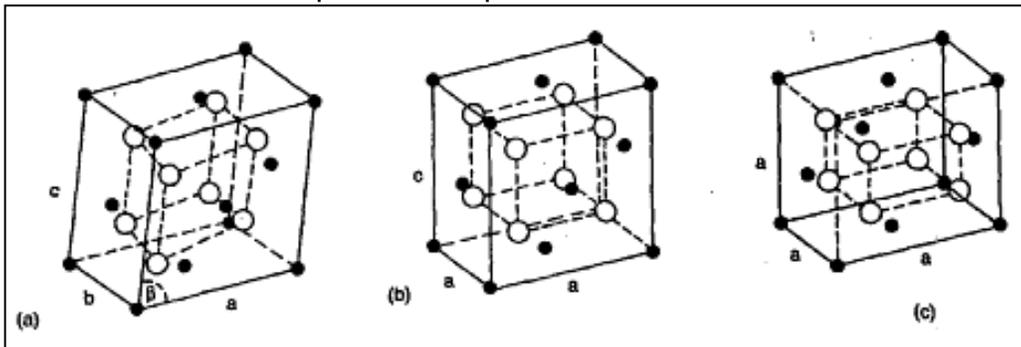
Como lembra Yamagata (2004), a Zircônia apresenta estrutura cristalina que varia de acordo com a temperatura em que ela se encontra, como segue:

- Apresenta estrutura monoclinica estável em pressão ambiente e temperaturas até 1170°C.

- Apresenta estrutura tetragonal estável até 2370°C.
- Apresenta estrutura cúbica a partir da temperatura de 2370°C até a temperatura de fusão de 2680°C.

A Figura 1 ilustra os diferentes tipos de estrutura cristalina da zircônia.

Figura 1- Representação esquemática das estruturas polimórficas da zircônia: os átomos de oxigênio são representados por esferas brancas e átomos de Zircônio por esferas pretas.



Fonte: Yamagata, 2004.

Nota: (a) monoclinica, (b) tetragonal e (c) cúbica.

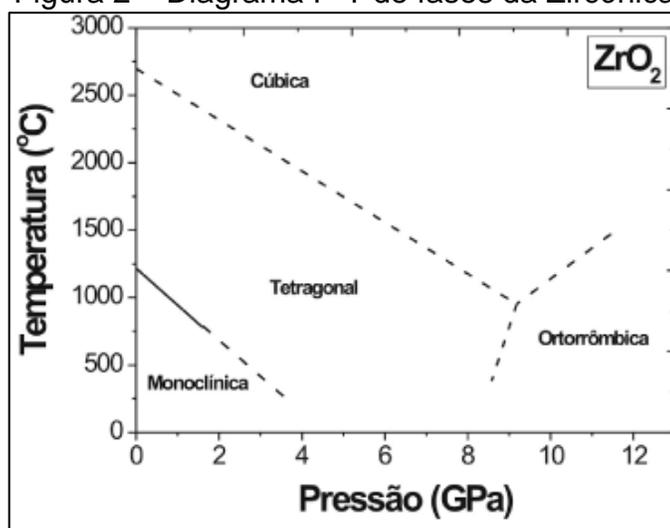
Como os artefatos de Zircônia precisam ser sinterizados em temperaturas acima de 2370°C, não é possível a fabricação de componentes de Zircônia pura, devido à falha espontânea que ocorre no resfriamento pós-sinterização. Isto se deve ao fato de que a transformação tetragonal para monoclinica é acompanhada por uma variação de volume (3-5%). Assim, passando pela temperatura de transformação, o material irá sofrer uma variação brusca de volume, resultando no aparecimento de trincas, o que possivelmente levará a ruptura do material (ASSIS, 2008).

As temperaturas de transição estrutural podem ser moduladas através da aplicação de uma pressão externa, como pode ser visto na Figura 2.

No entanto, para uma real utilização deste material, é necessário a retenção da fase tetragonal metaestável, e na consequente neutralização da transformação para a fase monoclinica. A adição de óxidos estabilizantes com estrutura cúbica como MgO, CaO e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> permite a retenção e estabilidade cristalográfica da forma cúbica da zircônia, desde a temperatura ambiente até próximo ao ponto de fusão. Isso,

consequentemente, evita a expansão de volume que ocorre na mudança de fase tetragonal para monoclinica.

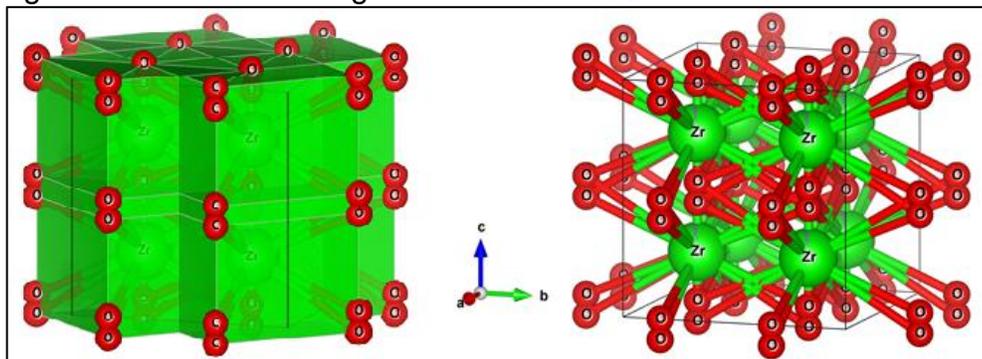
Figura 2 – Diagrama P-T de fases da Zircônica



Fonte: Yamagata, 2004.

Para Yamagata (2004), o óxido de Zircônio ( $ZrO_2$ ) parcialmente estabilizado com 3% de Ítria ( $Y_2O_3$ ), também conhecido como Y-TZP, é um material cerâmico de alta resistência que possui uma estrutura policristalina tetragonal e cúbica, responsável por evitar a sua expansão volumétrica.

Figura 3 – Estrutura tetragonal da  $ZrO_2 - Y_2O_3$



Fonte: Do autor, (2018) com base nos parâmetros do software VESTA<sup>1</sup>

<sup>1</sup> K. Momma and F. Izumi, VESTA 3 for three-dimensional of crystal, volumetric and morphology data," J. Appl. Crystallogr., 44,1272-1276(2011).

As fases da estrutura polifórmica da zircônia são apresentadas na Figura 3. Segundo Yamagata (2004), as cerâmicas Y-TZP possuem como característica uma alta resistência mecânica à abrasão, e valores relativamente altos de tenacidade a fratura. De acordo com Assis (2008), a alumina ou óxido de alumínio, atualmente é um dos óxidos mais utilizados no mundo pelas suas características e propriedades, tais como a refratariedade, dureza, resistência ao ataque químico, alta resistência em temperaturas altas e baixas, rigidez dielétrica alta e condutividade térmica superior à maioria dos óxidos cerâmicos. Estes fatos a tornam um importante elemento da classe das cerâmicas estruturais. Somente o óxido de Zircônia e de tório equiparam a sua resistência à compressão, mas, assim como grande parte das cerâmicas, possui baixa tenacidade à fratura e ao choque térmico.

### 3.1.2 Propriedades mecânicas da Zircônia parcialmente estabilizada com ítria

Para Santos e Elias (2007), as cerâmicas tetragonais com base em ítria possuem características únicas, com destaque à sua melhor tenacidade à fratura (Tabela 1).

Tabela 1 – Propriedades mecânicas e físicas dos blocos de zircônia estabilizados com ítria disponibilizados pelas empresas ProtMat e Vita

<b>Propriedades</b>	<b>ZrHP ProMat</b>	<b>VITA In Ceram 2000 YZ</b>
Fase Cristalina	100% Tetragonal	100% Tetragonal
Densidade após sinterização (g/cm <sup>3</sup> )	6,05	6,05
Dureza Vickers (HV)	1320±70	1320±70
Módulo da Elasticidade (GPa)	205	210
Resistência a Flexão em 4 pontos (Mpa)	~920	>920
Temperatura de sinterização (°C)	1530	1530
Retração linear (%)	24,5±0,3	24,5±0,3
Densidade Relativa (% Densidade Teórica)	99,7±0,2	99,7±0,3
Perda de Massa (%)	0,7±0,1	0,6±0,1
Tenacidade a Fratura K <sub>IC</sub> (Mpa.m <sup>1/2</sup> )	9,15±0,25	9,08±0,25
Coefficiente de Expansão Térmica (10 E-6 °C)	10,5±0,2	10,5±0,1

Fonte: Santos e Elias, 2007.

As propriedades mecânicas apresentadas referenciam os valores mínimos e máximos a serem obtidos nos cavacos do processo de fresamento durante o processo de sinterização da  $ZrO_2-Y_2O_3$ .

Segundo Santos e Elias (2007), para o teste de dureza, foi utilizado à metodologia Vickers, que consiste em aplicar uma força de 1 kgf pelo tempo de 30 segundos na superfície das amostras polidas através do microdurômetro (Tabela 1).

Estas propriedades da cerâmica zircônia tornam possível a aplicação estrutural e são pré-requisitos para usinagem com ferramentas de corte que serão avaliadas no estudo.

## 3.2 PROCESSOS DE USINAGEM E FABRICAÇÃO

Os processos convencionais de usinagem são todos os processos que removem material sob forma de cavaco. São divididos em dois grandes grupos: geometria definida e geometria não-definida.

Segundo Diniz, Marcondes e Coppini (2008), são considerados “fatores nos processos de fabricação”, desde o material a ser usinado, qual tipo de usinagem, geometria e definições da ferramenta, velocidade de corte aplicado a cada material, potência da máquina ferramenta, a utilização de refrigeração e o custo-benefício da ferramenta. Eles são caracterizados pela sua cinemática de movimento de usinagem e tipo de ferramenta monocortante, multicortante e abrasiva.

### 3.2.1 Movimentos característicos dos processos de usinagem

Movimento de usinagem é a ação destinada à remoção do cavaco durante o processo. Como referência, adota-se que a peça esteja sempre parada, e que a ferramenta esteja em movimento. Esta referência tomada como base da peça permite a padronização de sinais algébricos.

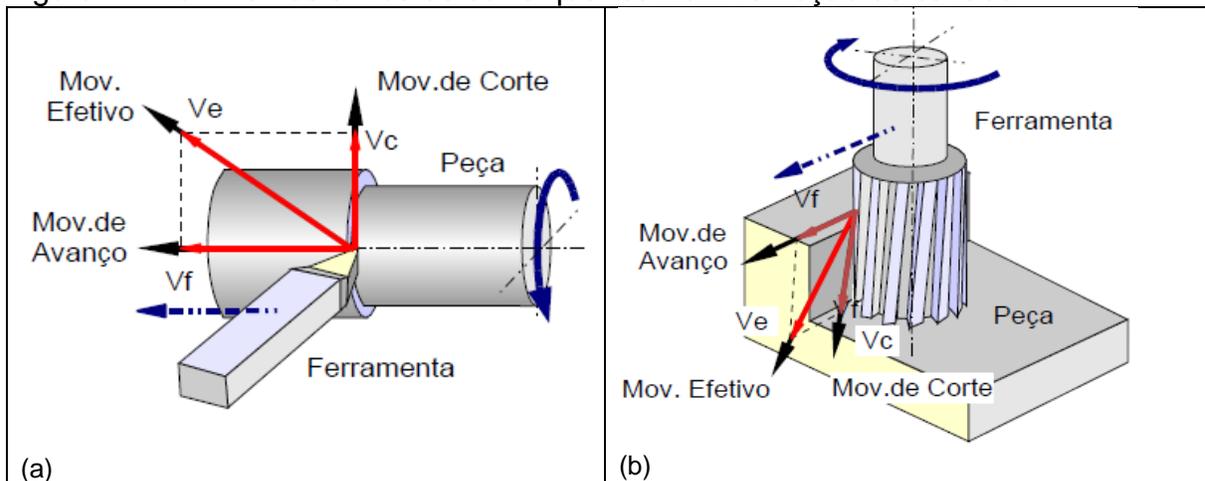
Existem dois tipos de movimentos que podem ser classificados como: ativos que atuam diretamente na remoção do cavaco; e os passivos que fazem parte do processo de usinagem, mas, não participam diretamente na remoção do cavaco. “Origina diretamente a saída do cavaco o movimento efetivo de corte, o qual na

maioria das vezes, é o resultante do movimento de corte e do movimento de avanço” (FERRARESI, 2011, p. 2).

A Figura 4 apresenta os movimentos ativos que realizam a remoção do cavaco. São eles:

- Movimento de corte: é quando a remoção do material é feita sem o movimento de avanço, por uma volta ou um curso da ferramenta.
- Movimento de avanço: é quando ocorre o movimento entre a peça e a ferramenta que, em conjunto com o movimento de avanço, possibilita a remoção do cavaco de forma contínua por várias voltas ou cursos. O movimento de avanço pode ainda ser de duas formas: movimento de avanço principal e movimento de avanço lateral.
- Movimento efetivo de corte: é o resultado do movimento de corte e de avanço, pelo qual temos o processo de usinagem.

Figura 4– Movimentos ativos de corte que realizam remoção de cavaco



Fonte: CIMM, 2018.

Nota: (a) torneamento e (b) fresamento.

Os movimentos que não têm parte no efetivo direto da remoção do cavaco são:

- Movimento de posicionamento: é o movimento que aproxima a ferramenta da peça e que antecede o início da usinagem.
- Movimento de profundidade: é o movimento realizado que determina a quantidade de material a ser retirado por curso.

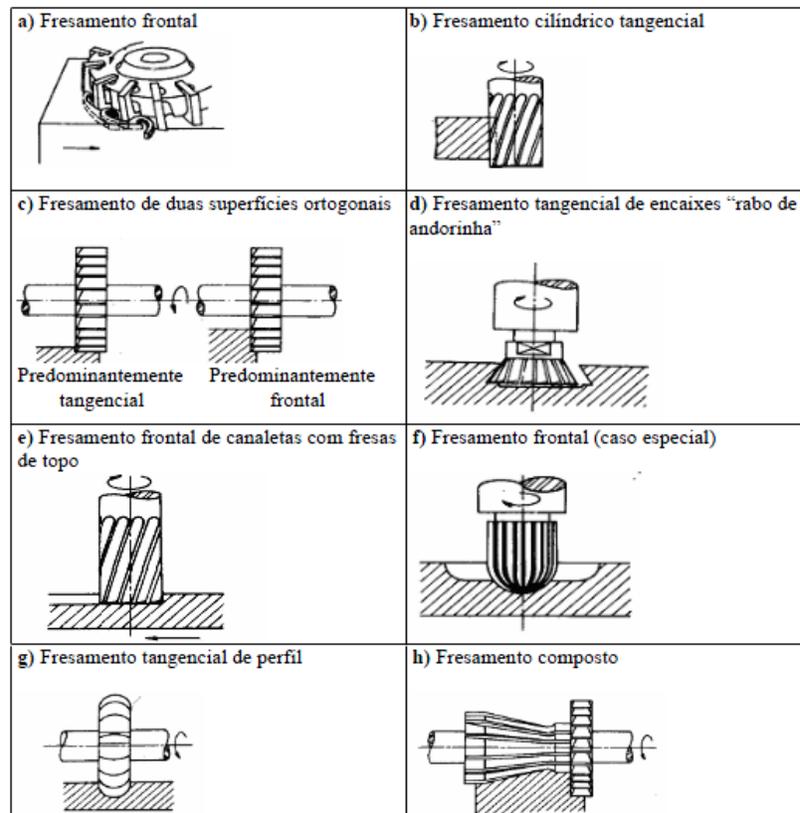
- Movimento de ajuste: é o movimento entre a ferramenta e a peça que é realizado para compensar o desgaste da ferramenta durante a usinagem.

Segundo Ferraresi (2011), entende-se por operação de usinagem todo o processo que tem como finalidade a remoção progressiva de material da peça por uma ferramenta de corte, dando assim uma nova geometria e dimensões diferentes da condição inicial.

O material que é removido durante este processo pela ferramenta é então denominado de cavaco, ou seja, porção de material que se caracteriza por ter formas e geometrias irregulares. Na formação do cavaco, existem fatores que influenciam na sua característica como: a velocidade de corte, ângulo de saída do material e recalque.

Fresamento é caracterizado pelo movimento da ferramenta de múltiplas arestas de corte, e a peça que se desloca na trajetória necessária para a obtenção das formas e dimensões desejadas (FERRARESI, 2011).

Figura 5 - Tipos de Fresamento



Fonte: Ferraresi,2011.

O fresamento é um processo convencional de fabricação com geometria definida multicortante, podendo ser realizado com ou sem fluido lubrificante, dependendo do material que se deseja usar. O parâmetro de corte selecionado leva em consideração a dureza do material, a dureza da ferramenta, o tipo de operação de usinagem a ser executada e cinemática do processo de fabricação.

Na figura 5, são apresentados os diferentes tipos de fresamento. O fresamento adotado no presente trabalho será o fresamento frontal (Figura 5-e) de canaletas retangulares com fresas de topo de metal duro (WC-Co) com duas e quatro arestas de corte.

Os parâmetros de corte utilizados são velocidade de corte ( $V_c$ ), fornecida em metros por minuto; velocidade de avanço ( $V_f$ ), fornecida em milímetros por minuto e profundidade de corte ( $a_p$ ), fornecida em milímetros.

Estes parâmetros são responsáveis pela determinação do tempo de vida útil da ferramenta na usinagem de qualquer material.

A  $ZrO_2-Y_2O_3$  pré-sinterizada é um material que possui dureza elevada de 1200HV, conforme Tabela 1, caracterizado por ser um material frágil e dúctil, fatores que serão determinantes para seleção dos parâmetros de corte.

### **3.2.2 Desgaste em ferramentas de corte**

O processo de desgaste de ferramentas de geometria definida é proveniente do atrito da cunha de corte com a superfície e a ser cisalhada. Mesmo as ferramentas de corte com a maior resistência ao desgaste e resistência mecânica, sofrem desgaste dependendo da usinabilidade e das características mecânicas intrínsecas de cada material, como lembra Machado et al. (2011). Os fatores pelos quais a ferramenta de corte perde sua eficiência na usinagem são:

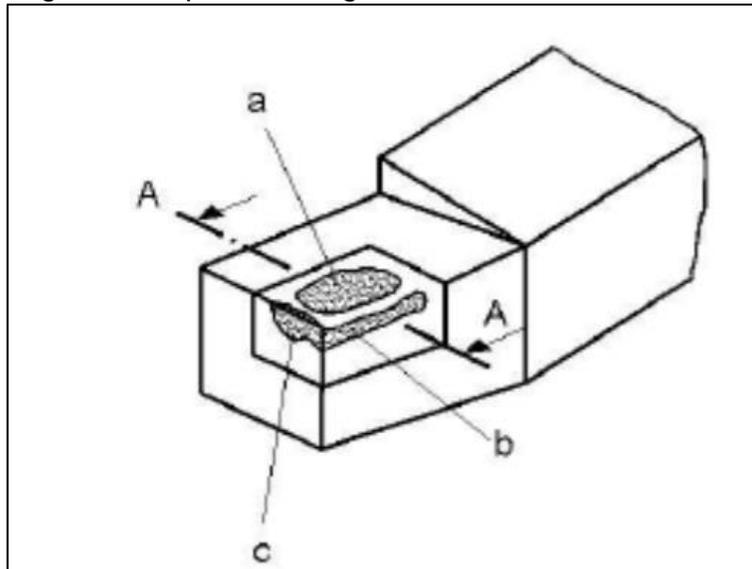
Avaria: que é um fenômeno que causa a destruição total da ferramenta

Desgaste: quando ocorre a mudança na sua forma original, resultado da perda gradual de material da ferramenta, com presença de deformação plástica, gerando uma mudança da geometria da aresta de corte pelo deslocamento de material causado por cisalhamento a altas tensões.

De entalhe: na literatura ainda não existe uma definição que explique exatamente este tipo de desgaste, porém considera-se o entalhe formado na região livre do cavaco e na aresta secundária de corte, comprometendo o acabamento superficial da peça (SANTOS; SALES, 2007).

Os desgastes de cratera e de flanco são mostrados na Figura 6.

Figura 6 - Tipos de desgaste de ferramentas de corte



Fonte: Machado et. al, 2011.

Nota: (a) desgaste de cratera, (b) desgaste de flanco principal, (c) desgaste de flanco secundário.

Segundo Santos e Sales (2007), uma mudança na geometria da aresta de corte da ferramenta pode causar desgastes na ferramenta, sendo os mais comuns:

De cratera: é geralmente provocado por altas temperaturas na região de saída onde acontece o contato da ferramenta e cavaco. Este tipo de desgaste não é frequente em ferramentas de metal duro com coberturas e ferramentas de cerâmica.

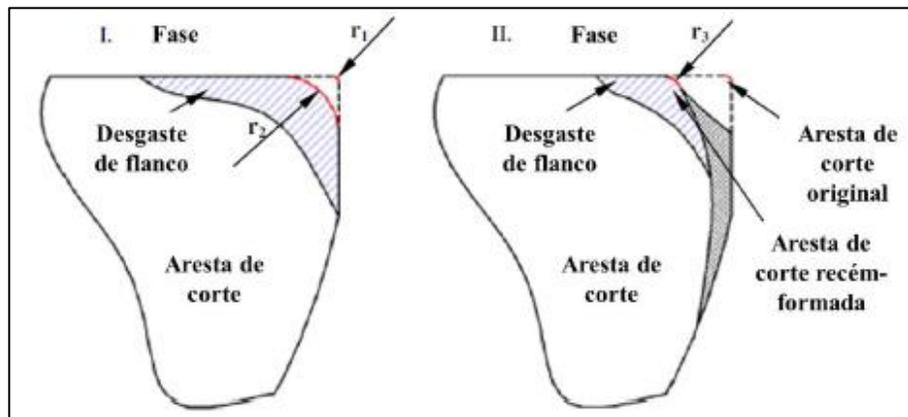
De flanco: normalmente o primeiro fator a limitar a vida da ferramenta pela perda do ângulo de folga da ferramenta, ocasionando um aumento na área de contato entre a peça e a ferramenta.

Aresta postiça de corte (APC) ocorre pela combinação de altas temperaturas e pressões que são produzidas na aresta de corte da ferramenta, causando a soldagem do material usinado na aresta de corte. Este tipo de desgaste é mais comum

na usinagem de materiais pastosos como aços de baixo teor de carbono, aços inoxidáveis e o alumínio.

Durante a usinagem da  $ZrO_2-Y_2O_3$  pré-sinterizada, o atrito e o calor gerado provocam uma variação do diâmetro e do raio de aresta da fresa de metal duro utilizada, como está ilustrada na Figura 7. De acordo com Uzun; Aslantas; Bedir, (2013), com o prosseguimento do processo de corte, a cunha formada entre o material e a ferramenta gera uma redução do diâmetro da ferramenta e o raio sofre sucessivos aumentos  $r_1$  para  $r_2$  devido ao desgaste abrasivo. Com isso, o raio de aresta passa a ser  $r_3$ , raio este menor que  $r_2$ . O raio de aresta sofre um aumento, inicialmente com a redução do diâmetro da fresa, e quando perto do lascamento, passou a apresentar uma tendência de redução do raio.

Figura 7– Variação do raio de aresta oriundo do desgaste da fresa ( $r_2 > r_3 > r_1$ )



Fonte: Uzun; Aslantas; Bedir, 2013.

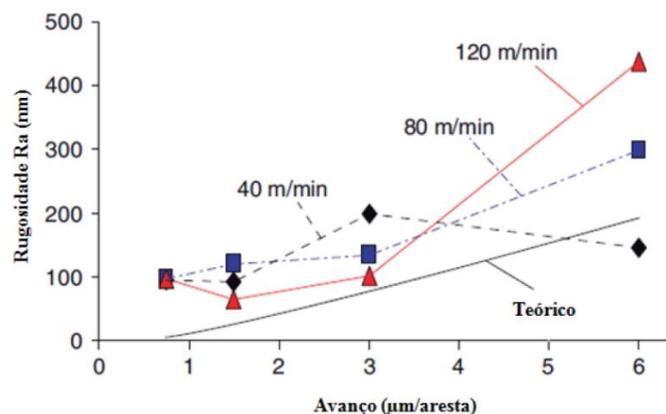
As fresas utilizadas na usinagem da  $ZrO_2-Y_2O_3$ , pré-sinterizada, são compostas de metal duro inteiriço (WC-Co), revestido com TiAlCrSiCN, com balanço de 10 mm e uma penetração de trabalho ( $a_e$ ) de 1 mm. Estas fresas de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com 2 arestas de corte são confeccionadas com raio de arestas de corte igual 25  $\mu m$  ( $r_1$ ). Para fresa de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com quatro arestas de corte, o raio de arestas de corte fornecido pelo fabricante é de 20  $\mu m$  ( $r_1$ ).

### 3.2.3 Rugosidade Superficial

Para obtenção do desempenho desejado de qualquer peça de trabalho, a rugosidade superficial é um fator preponderante. A rugosidade é composta de irregularidades denominadas de picos ou vales, ou de erros microgeométricos resultantes da interação do atrito da ferramenta durante o processo de cisalhamento do material a ser usinado. Elas dependem de vários parâmetros como: máquina operatriz, propriedades mecânicas do material da peça, geometria e material da ferramenta e operação de usinagem, podendo ser avaliadas em diversos parâmetros: de amplitude, de espaço e híbridos (MACHADO et al., 2011). Dentre os parâmetros de amplitude, o desvio aritmético médio (Ra) é o mais empregado, principalmente para controle de processo, tendo em vista que alterações no seu valor representam variações no processo, especialmente no desgaste da ferramenta (MUMMERY, 1992 apud MACHADO et al., 2011).

Em seu trabalho, Filiz et al. (2007) analisaram a rugosidade superficial em função do avanço e velocidade de corte no processo de microfresamento de corpos de prova de cobre com microfresas de carboneto de tungstênio com 254  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Para velocidades de corte entre 80 e 120 m/min a rugosidade superficial manteve-se constante para um avanço de 3  $\mu\text{m}$ /aresta de corte, como demonstrado na Figura 8.

Figura 8 – Média da rugosidade superficial (Ra) em função do avanço e velocidade de corte



Fonte: Adaptado de Filiz et al., 2007.

No que se refere a rugosidade obtida, utilizando velocidade de corte a 40 m/min, com o mesmo avanço de 3  $\mu\text{m}$ /aresta de corte, esta rugosidade reduziu. Os autores concluíram que, de forma geral, avanços menores produzem acabamento superficial melhor em materiais dúcteis (FILIZ et al., 2007).

Segundo Demarbaix et al. (2018), as Zircônias Tetragonais Policristalinas estabilizadas com Ítria (Y-TZP) se apresentam como o principal desafio tecnológico da microusinagem de cerâmicas pré-sinterizadas. É reportado que o mecanismo de endurecimento ocorrido na sinterização deste material e sua tenacidade à fratura tendem a favorecer um comportamento dúctil do material durante a usinagem. Foram adotados os parâmetros de corte para o fresamento da  $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$ , pré-sinterizada, baseados nos experimentos de Filiz et al. (2007), devido a ductilidade do cobre e sua difícil usinagem, uma vez que não foram encontrados estudos com estes parâmetros de corte para Y-TZP.

### 3.3 SINTERIZAÇÃO

A sinterização é um processo no qual pós são compactados e recebem tratamento térmico, na qual a temperatura de processamento é sempre menor que a sua temperatura de fusão. Durante o processo, várias reações químicas ocorrem no estado sólido, sendo estas ativadas termicamente. Este processo cria uma alteração na estrutura microscópica do elemento base, cuja finalidade é obter uma peça sólida e íntegra. German (1996) afirma que: a “sinterização é um processo térmico de união de partículas através de mecanismos de transporte de massa que ocorrem amplamente em nível atômico”. Este processo ocorre usualmente em temperaturas elevadas, com ou sem formação de fase líquida.

Os pós podem ser obtidos por atomização ou por moagem. Segundo Ribeiro, Ventura e Labrincha (2001) a atomização consiste na transformação de uma suspensão aquosa de partículas sólidas em partículas secas, a partir da pulverização da suspensão no interior da câmara aquecida (atomizador). A moagem de bolas de alta energia (HEBM) tem sido empregada para processar vários materiais, por ser um método simples, barato e eficiente para a preparação de pó a granel. Esta técnica de processamento, também chamada de síntese mecanoquímica, já foi utilizada na

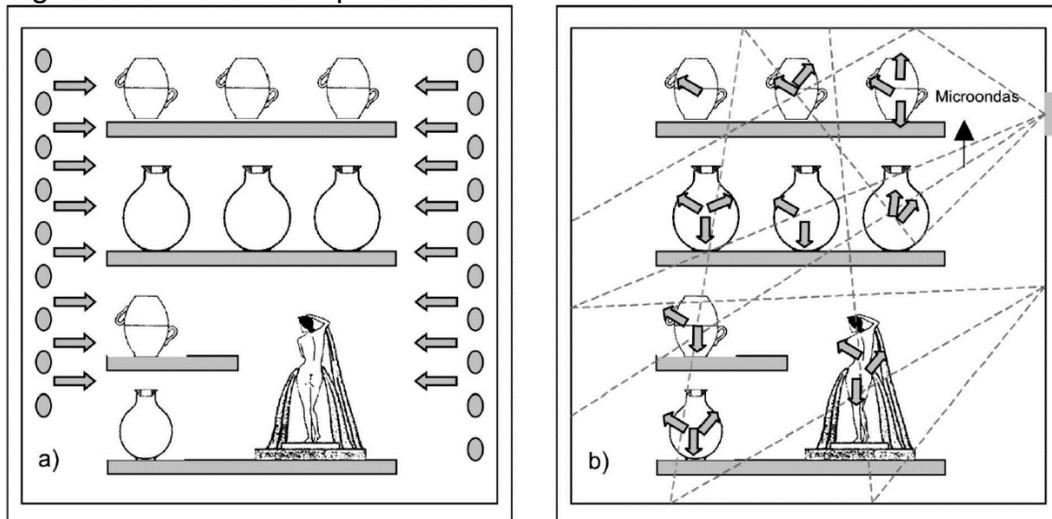
preparação de ligas metálicas não-equilibradas e amorfas, compósitos e na modificação de diferentes classes de materiais inorgânicos (DA LUZ et al., 2015).

A granulometria do material é de fundamental importância para o sucesso do processo de sinterização, sendo controlada por intermédio de um sistema de peneiras vibratórias.

A compactação é a segunda fase no processo de sinterização. A minimização de vacâncias (espaços vazios) para a formação da estrutura cristalina é de vital importância para manutenção das propriedades dos materiais cerâmicos.

O mecanismo de sinterização de materiais cristalinos é a difusão de vacâncias. Na sinterização convencional, o material é aquecido inicialmente, e através de processos de convecção e condução, a energia térmica é transferida para o interior do corpo cerâmico – Figura 9 (MENEZES, SOUTO E KIMINAMI, 2007).

Figura 9– Padrão de Aquecimento



Fonte: Menezes, Souto e Kiminami, 2007.

Nota: (a) forno convencional por resistência elétrica e (b) forno de micro-ondas

Diferentemente, a sinterização por micro-ondas ocorre através da interação entre moléculas e átomos com o campo eletromagnético, o que possibilita o aquecimento interno e volumétrico do material, provocando a formação de gradientes de temperaturas e fluxos de calor invertidos (MENEZES, SOUTO E KIMINAMI, 2007).

### 3.3.1 Sinterização convencional por resistência elétrica (CS)

A sinterização das cerâmicas é normalmente realizada em forno resistivo, caracterizando-se por ser uma técnica industrial e laboratorial mais utilizada, tão bem como a sinterização com auxílio de pressão ou sinterização reativa. De acordo com Silva, Alves Junior (1998) o objetivo de ambas é realizar forte união das partículas para que o material apresente resistência mecânica. No processo de sinterização convencional, as partículas mais próximas à superfície de um substrato são sinterizadas primeiro, e na sequência, os grãos crescem e se rearranjam. As impurezas podem ser segregadas no contorno de grão (LUO et al., 1998).

A Zircônia possui maior resistência à flexão entre as temperaturas de 1400 °C e 1550 °C e temperaturas de sinterização acima de 1600 °C que resultam em defeitos na microestrutura da zircônia (STAWARCZYK et al., 2013).

Magnago et al. (2013) realizaram uma pesquisa, conforme a norma ISO 6872, para avaliar as propriedades de uma zircônia odontológica, sinterizada pelo método convencional por resistência elétrica (CS), com a cerâmica Vipi Block Zircon (Y-TZP). As amostras foram sinterizadas a 1530 °C por 2h. A caracterização do material foi realizada por meio da mensuração da massa específica e densidade relativa, utilizando o princípio de Arquimedes, cujo resultado foi de 6,05 g/cm<sup>3</sup> e ~99,2% respectivamente. Através da difração de raios X (DRX), identificou-se fase tetragonal, inexistindo a presença das fases monoclinica, cúbica e ortorrômbica nos corpos de prova analisados. As amostras foram polidas e submetidas à uma temperatura de 1400 °C por 2h para observação dos grãos por MEV; o tamanho médio de grãos foi de ~ 0,5 µm. A metodologia para determinar os valores de dureza seguiu a norma ASTM-C-1327-03 onde foram realizadas indentações Vickers, obtendo-se resultado superior a 1200 HV.

A tenacidade à fratura foi calculada a partir dos resultados de dureza e foi baseada na norma ASTM-C-1421-99. Os resultados obtidos de resistência à fratura foram em média 8 MPa e ensaio de flexão em 4 pontos igual a 950 MPa. Esses resultados apresentaram-se superiores aos resultados obtidos a partir da norma ISO 6872. No ensaio de dilatométrica, que permite a determinação do coeficiente de expansão térmica linear (com interesse para cerâmicas de recobrimento a serem

aplicadas sobre esta zircônia), verificou-se que o coeficiente de expansão térmica da amostra Y-TZP de  $10,6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$  é compatível com o das porcelanas comerciais ( $\sim 8,5$  a  $9,5 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ ).

A determinação da solubilidade química seguiu na norma ISO 6872, na qual a diferença de massa entre as amostras antes e após o teste indicou a solubilidade química do material. O ensaio de radioatividade realizado foi baseado na detecção de atividade de urânio-238 por espectroscopia gama. Por sua vez, o ensaio de citotoxicidade seguiu a norma ISO 10993-5 objetivando determinar a resposta biológica de células de mamíferos *in vitro*. Os resultados encontrados por Magnago et al. (2013) indicaram que a cerâmica é estável com relação à solubilidade e apresenta níveis desprezíveis de radioatividade e é não-citotóxica.

### 3.3.2 Sinterização por Micro-ondas (MS)

A utilização de energia de micro-ondas (MS) no processamento de materiais é relativamente nova, tendo surgido em aplicações industriais na década de 80, sendo aplicadas desde o aquecimento para reticulação de borrachas até processos de secagem de cerâmicas. Esse tipo de energia apresenta benefícios como: redução dos tempos de processamento e economia de energia (Silva, Alves Junior, 1998; Menezes et al., 2007a). A maioria das aplicações comerciais desta técnica está voltada para processos que necessitam de baixas temperaturas. Esses processos se aplicam em áreas como a de alimentos, madeira, borracha, polímeros e secagem de cerâmicas. Contudo, tem-se notado um interesse crescente da energia de micro-ondas para processamento em altas temperaturas, devido aos resultados promissores de pesquisas recentes (Menezes et al., 2007a). Na MS, o aquecimento é gerado da dissipação de energia eletromagnética. A amostra é exposta à radiação da faixa de micro-ondas, e a interação de micro-ondas com a amostra produz o aquecimento.

Almeida et al. (2015) realizaram um estudo, variando o tempo de sinterização em: 15 min, 30 min, 1 h, 2 h e 3 h, mantendo-se para todos os grupos de sinterização de Y-TZP por energia de micro-ondas a uma mesma temperatura de sinterização de  $1400^{\circ}\text{C}$ . Foi realizado ensaio mecânico de flexão biaxial, sendo os melhores

resultados obtidos para os tempos de 15 min, com  $636,40 \pm 63,67$  MPa e de 3 h com  $702,88 \pm 132,20$  MPa, não havendo diferença estaticamente significativa ( $p < 0,05$ ).

Para a caracterização microestrutural, Almeida et al. (2015) realizaram medidas de densidade, análise de DRX e observações por MEV com medida de tamanho de grão. As densidades entre os grupos mantiveram média de 97,17% e encontrou-se fase única tetragonal em todos os grupos, com tamanho de grão de  $\sim 0,2$   $\mu\text{m}$  para o grupo de 15 min e de  $\sim 0,3$   $\mu\text{m}$  para o grupo de 3h. Os autores concluíram que os tempos ideais de sinterização foram de 15 min e 3h. No entanto, ao se levar em consideração fatores como economia de tempo e energia, utilizou-se no presente trabalho o tempo de 15 min.

Barcheta (2015) avalia o impacto da temperatura de sinterização e resfriamento no comportamento mecânico e microestrutural da cerâmica odontológica Y-TZP, sinterizada por energia de micro-ondas. Variaram-se as temperaturas de sinterização e resfriamento, a fim de se desenvolver um protocolo que mantivesse a microestrutura da zircônia compatível à obtida com sinterização convencional. O experimento consistiu em confeccionar 84 discos por meio de CAD-CAM para obter padronização no tamanho dos discos de acordo com a ISO 6872. Os discos foram divididos em 7 grupos com 12 amostras cada, o Grupo Controle foi sinterizado de modo convencional, e os Grupos Experimentais foram sinterizados por energia de micro-ondas, nos quais variaram-se a temperatura de sinterização (S) e a temperatura de resfriamento (R), formando os grupos: S1400RR, S1400R400, S1400R25, S1450RR, S1450R400 e S1450R25. Para caracterização microestrutural foram realizadas medidas de densidade, análises de difração de raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e tamanho de grãos.

A caracterização mecânica foi realizada por meio de ensaios de resistência à flexão biaxial. Os resultados de resistência à flexão obtidos foram analisados estatisticamente (ANOVA, Tukey, Sidak e Dunnett), sendo que os Grupos Controle ( $806,1 \pm 105,8$  MPa) e S1450 ( $824,7 \pm 99,12$  MPa) não se diferenciaram. Somente os Grupos sinterizados à 1400 °C ( $681,9 \pm 91,17$  MPa) apresentaram médias inferiores. Este mesmo fato ocorreu quando se analisou a densidade. A análise de DRX mostrou que a fase tetragonal prevaleceu em todos os grupos (BARCHETA, 2015).

### 3.3.3 Sinterização: micro-ondas X convencional

Upadhyaya et al. (2001) realizaram um estudo comparativo entre sinterização convencional e micro-ondas. As amostras de Y-TZP foram preparadas em laboratório.

Para a sinterização por MS, utilizou-se o tempo de 15 min com 30% da potência do forno, acrescidos de 30 min com 80% da potência do forno. A temperatura interna chegou a  $1350\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Para a sinterização convencional, a temperatura foi de  $1400\text{ }^{\circ}\text{C}$  por 3h. Mediu-se a densidade e porosidade pelo método de Archimedes; realizaram-se testes de indentação Vickers e análise por MEV. Os resultados de densidade foram próximos para os dois métodos. No ensaio mecânico, a dureza da amostra sinterizada por MS apresentou-se ligeiramente maior do que a amostra por CS, atribuído ao fato do grão ser mais uniforme e de menor tamanho. Os autores concluíram que a sinterização por MS apresenta benefícios à microestrutura e propriedades mecânicas da Y-TZP.

Almazdi et al (2012) realizaram um estudo sobre sinterização da cerâmica Y-TZP por meio de MS comparados com CS. Foram avaliados quanto à resistência, flexão por 3 pontos, densidade, estabilidade dimensional e microestrutura (DRX, MEV e tamanho de grãos). Foram confeccionadas 20 barras divididas em dois grupos com 10 cada. Os grupos foram sinterizados à temperatura de  $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , um grupo com tempo de 30 min em MS, em que as amostras foram retiradas do forno após 20 min de resfriamento, e em outro grupo, com tempo de 8 h em CS. Não houve diferenças estatísticas para todos os ensaios e testes realizados. Para a MS, houve apenas a desvantagem da limitação do número de amostras no interior do forno, onde colocou-se menor número de amostras, requerendo um aumento do número de sessões de sinterização. Os autores concluíram que ambas as formas de sinterização se apresentam adequadas de acordo com os requisitos exigidos do material sinterizado, porém o MS apresenta maior uniformidade de aquecimento e permite taxas de aquecimento maiores, o que aumenta a produtividade e economiza energia.

Kim et al. (2013) avaliaram o efeito das condições de sinterização na zircônia odontológica sobre o tamanho de grãos e translucência em duas marcas (Lava e Kavo). As amostras foram sinterizadas em forno convencional e em forno de micro-ondas, e a temperatura foi mantida de acordo com o fabricante a  $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$  para a

cerâmica Lava e 1450 °C para a cerâmica Kavo, com tempo de sinterização em 20 min para MS e 20 min, 2, 10 e 40h para CS. A densidade foi avaliada por meio do método de Arquimedes (ISO 18754). Para a medida de translucência, foi utilizado um espectrofotômetro, e para a medição do tamanho de grão, as amostras foram polidas até 1µm, atacadas termicamente a 1400 °C, durante 10 min, limpas com acetona em ultrassom durante 10 min e secas por 24 h e, em seguida, analisadas em observadas em MEV. O tempo de patamar de sinterização faz diferença no tamanho de grão, que possibilita um menor grão na sinterização por MS. Quanto maior o grão, observou-se maior transmissão de luz nas amostras CS. Não houve diferença significativa entre as marcas e as técnicas de sinterização. Foi encontrado menor valor de densificação e resistência à flexão quando a temperatura de sinterização ocorreu em 1400°C ( $681,9 \pm 91,17$ MPa), quando comparado com a mesma temperatura de resfriamento e temperatura de sinterização de 1450°C ( $824,7 \pm 99,12$  MPa). Estudos apresentados na literatura também relatam esse comportamento, dentre estes, o realizado por Jiang et al. (2011), em que foi relatado que o aumento da temperatura de sinterização é o procedimento mais comum e simples para se aumentar a densificação do material.

Gelfuso et al. (2006) reportaram que a sinterização por meio de micro-ondas permitiu elevado grau de densificação em menor temperatura e tempo com relação a sinterização convencional. Também se constatou que a densificação no método MS foi equivalente (temperatura de 1450°C por 15min) ao método CS (temperatura 1530°C por 2h). As imagens de MEV foram analisadas e todos os grupos apresentaram grãos com distribuição homogênea e contornos bem definidos. Os grupos sinterizados à 1400°C apresentaram maior presença de poros e foram os grupos que apresentaram menor resistência à flexão biaxial. A estrutura cristalina foi analisada por meio de difração de raios-X (DRX). Outro aspecto na caracterização da microestrutura estudada, foi o tamanho dos grãos. A literatura reporta que o tamanho do grão poderá exercer grande influência nas propriedades do material (Luo et al., 1998); (Kim et al., 2013).

No Quadro 1, é apresentado o resumo dos estudos acima descritos, assim como de outros em que são comparados os métodos de sinterização MS e CS.

Quadro 1 – Comparação entre o uso da MS e CS para Y-TZP

AUTOR	SINTERIZAÇÃO	T (°C)	TESTES REALIZADOS	RESULTADOS
Barcheta (2015).	MS 15min Retirou-se as amostras em três condições de temperatura: 1400 °C; 400 °C; 25 °C; 1450 °C; 400 °C; 25 °C.	1400 °C 1450 °C	Densidade; DRX; MEV; Tamanho de grão; Flexão por 3 pontos.	Houve diferença estatística entre MS 1400 °C que apresentou médias de densidade e resistência à flexão inferiores em relação a temperatura de sinterização de 1450 °C
Almeida et al. (2015).	MS 15 mi; MS 30 min MS 1 h MS 2 h MS 3 h	1400 °C	Densidade; DRX; MEV; Tamanho de grão; Flexão por 3 pontos.	Os tempos ideais de sinterização são 15 min e 3 h, não havendo diferença estatística nos resultados obtidos nos dois processos.
Kim et al. (2013).	MS 20 min CS 20 min CS 2 h CS 10 h CS 40 h	1500 °C 1450 °C	Densidade; Translucência; MEV; Tamanho de grão;	Não houve diferença entre MS e CS. Quanto maior o tempo de sinterização, maior o grão. CS obteve menor transmitância luminosa, devido ao maior grão.
Almazi et al. (2012).	MS 30min CS 8h	1500 °C	Flexão por 3 pontos; Densidade; DRX; MEV; Tamanho de grão; Contração volumétrica.	Não houve diferença estatística entre MS e CS
Menezes et al. (2007).	CS 2h MS 16 min MS 20 min	1450 °C 1500 °C 1,8 KW	Densidade Tamanho de grão	Não houve diferença estatística entre MS e CS.
Gelfuso et al. (2006).	CS 2h MS 15 min MS 30 min	1300 °C 1500 °C	MEV Densidade	MS cerâmica mais densa, com tempo de temperatura menores do que CS.
Upadhya ya et al. (2001)	MS 45 min CS 3h	1350 °C 1400 °C	Densidade Porosidade Indentação Vickers	MS apresentou benefícios na microestrutura Y-TZP

Fonte: Adaptado de Barcheta, 2015.

Nas pesquisas realizadas por Kim et al. (2013) e Stawarczyk et al. (2013), observou-se que quanto menor o tempo e temperatura de sinterização, menor o grão. Segundo Gelfuso et al. (2006), foram encontrados em suas pesquisas grãos maiores na MS com relação a CS e com maior presença de poros.

Analisando os resultados de Barcheta (2015); Almeida et al. (2015), será proposto neste trabalho o método de sinterização por micro-ondas MS com tempo de duração de 15 min. Acredita-se que este processo de sinterização do pó de zircônia oriundo da usinagem da placa cerâmica dentária (cavaco), adquirida da fabricante Vipi Block Zircon (Y-TZP), obterá propriedades mecânicas equivalentes de densidade, tamanho de grão e indentação Vickers.

### **3.3.4 Ensaio de Microdureza VICKERS**

Existem diversas técnicas de ensaios de dureza, entretanto as mais utilizadas para materiais cerâmicos são os ensaios de microdureza KNOOP e VICKERS.

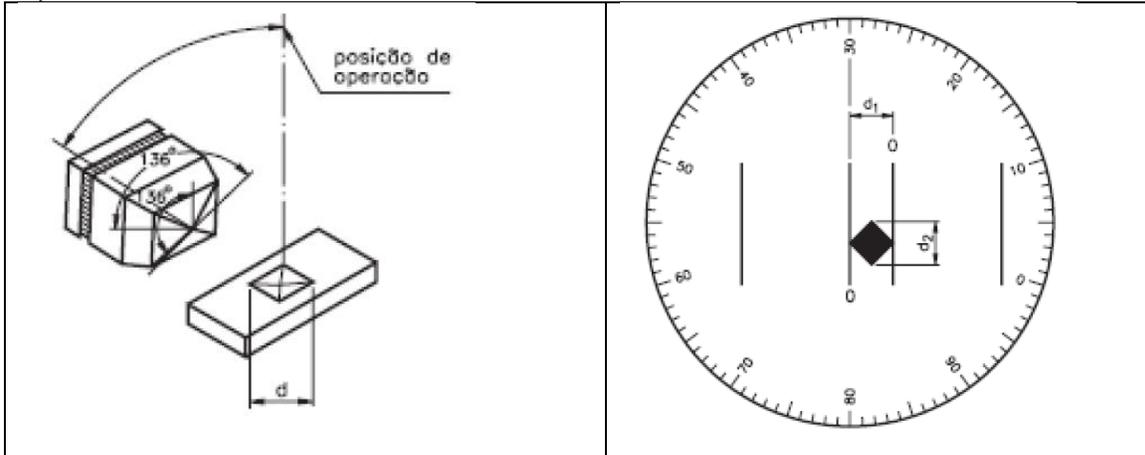
Segundo Callister (2012), o método de ensaio de microdureza VICKERS, também é conhecido como pirâmide de diamante. Este ensaio consiste em um penetrador de diamante muito pequeno, com geometria piramidal, que é forçado com uma carga contra a superfície do corpo de prova. Estes valores de carga são variáveis desde 1 a 1000 g, valores muito menores que os utilizados nos ensaios Rockwell e Brinell.

A impressão no corpo de prova é então observada sob o auxílio de um microscópio, medida e convertida em índices de dureza. Para a realização do ensaio, pode ser necessária a preparação do corpo de prova pelos processos de embutimento, lixamento e polimento. No presente estudo, foi realizado um processo de embutimento das barras retangulares sinterizadas pelo processo micro-ondas para que no momento do ensaio ela não se mova, provocando uma perda da precisão.

As medidas de dureza são calculadas a partir do coeficiente da carga aplicada e pela marca realizada na ferramenta. O microdurômetro não oferece o valor da área de impressão, para os cálculos, oferece por meio do microscópio as medidas das

diagonais ( $d_1$  e  $d_2$ ) formadas pelos vértices da pirâmide. Que podem ser observadas na Figura 10.

Figura 10– Representação do diamante de penetração e medidas diagonais da impressão.



Fonte: Manual de equipamento Mitutoyo, 2008.

Após conhecidas as medidas diagonais da impressão, é possível calcular a área da base pela fórmula apresentada no manual de equipamento da Mitutoyo (2008):

$$A = \frac{d^2}{2 \sin\left(\frac{136}{2}\right)} \quad (1)$$

Para a fórmula de cálculo de HV substituindo “A” pela fórmula temos:

$$HV = \frac{F}{\frac{d^2}{2 \sin 68}} \rightarrow HV = F * \frac{2 \sin 68}{d^2} \rightarrow HV = \frac{1,8544F}{d^2} \quad (2)$$

A força aplicada ( $F$ ) deve ser expressa em kgf, que corresponde à diagonal média, que deve ser expressa em mm ou seja:

$$d = \frac{(d_1 + d_2)}{2} \quad (3)$$

Serão realizados três ensaios por corpo de prova para obter o desvio padrão e detectar a variação de microdureza em pontos diferentes da barra retangular.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 EQUIPAMENTOS

Os equipamentos utilizados neste trabalho estão descritos a seguir:

- Balança eletrônica analítica da marca Shimadzu (AW-320);
- Difratorômetro de raios X da marca Shimadzu (XRD 6.000). Escola de Engenharia de Lorena – USP;
- Microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca LEO 1.450VP com um espectrômetro de energia dispersiva de Oxford (EDS). Escola de Engenharia de Lorena – USP;
- Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo TM3000, marca Hitachi, Universidade Federal de Uberlândia – UFU;
- Centro de usinagem de três eixos, da marca ROMI modelo D1250, com rotação máxima do seu eixo árvore de 12000 rpm.
- Processador geométrico para projetor de perfil ISP-D3000, marca *INSISE*;
- Microdurômetro modelo HM-102 da Mitutoyo.
- Forno Microondas 1700 °C – FMO 1700, Marca FORTELAB de 1,2KW a 2,45GHz;
- Perfilômetro TESA-rugosurf 90-G, com resolução de 0,016 µm.

### 4.2 SOFTWARES

- Software *Solidworks*® 2013-2014 versão educacional;
- Linguagem de programação nativa da máquina *SHOPMILL* para comando *SIEMENS 828d*;
- *Pearson's Crystal Data*;
- *PowderCell*;
- *ImageJ*;
- FlexLab;
- GIMP 2.6.

## 4.2 METODOLOGIA

A presente pesquisa adotou como procedimento a usinagem por fresamento em um centro de usinagem de três eixos, da marca ROMI modelo D1250, de um material cerâmico de  $ZrO_2 - Y_2O_3$ , pré-sinterizado. Este material foi utilizado na odontologia para confecção de próteses dentárias. O fresamento teve por objetivo gerar cavacos para verificar a possibilidade de sua reciclagem por meio de sinterização.

Durante a usinagem do bloco de zircônia foram utilizados os mesmos parâmetros de corte e geometria de usinagem objetivando mapear qualitativa e quantitativamente o desgaste da fresa de metal duro, variando o número de arestas de corte da ferramenta.

Para definir o desgaste gradativo da fresa, foram feitas imagens no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo TM3000, marca Hitachi, disponibilizado pelo departamento de pós-graduação em engenharia mecânica da Universidade Federal de Uberlândia.

O cavaco gerado (pó de  $ZrO_2 - Y_2O_3$ ) foi pesado em balança eletrônica analítica e o difratômetro de raios X foi utilizado para analisar possíveis alterações estruturais após fresamento a seco e subsequente sinterização. Através da análise pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) da marca LEO 1.450VP com um espectrômetro de energia dispersiva de Oxford (EDS) é possível afirmar se houve contaminação do cavaco deste material cerâmico pelo material da fresa (WC-Co).

Foram realizados 3 ensaios mecânicos na máquina microdurômetro modelo HM-102, da Mitutoyo, para medir a microdureza após processo de sinterização por micro-ondas.

### 4.2.1 Processo de usinagem do material cerâmico pré sinterizado $ZrO_2 - Y_2O_3$

O material utilizado para realização deste trabalho foi uma cerâmica dentária fornecida pelo fabricante VIPI BLOCK ZIRCONN, composta por 200 g de Zircônia estabilizada com 3% de mol de Ítria ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ), com prensagem isostática e pré-sinterizada. O procedimento para realização deste estudo iniciou-se primeiramente na

análise de dureza fornecida pelo fabricante de material cerâmico Zircônia estabilizada com Ítria ( $ZrO_2 - Y_2O_3$ ), conforme Tabela 2.

Tabela 2 – Características da Zircônia estabilizada com Ítria.

<b>Especificação</b>	<b>Unidade Adotada</b>	<b>Propriedades</b>
Resistência a fratura ISO 6872	Mpa	950
Dureza [HV] ASTM-C-1327-99	HV	1200
Tenacidade a Fratura [k] ASTM-C- 1421-99	MPa.m <sup>1/2</sup>	8,0
Módulo de elasticidade	GPa	200
Coefficiente de expansão térmica (20-900 °C) ISO 6872	/°C	10,6x10 <sup>-6</sup>
Massa específica	g/cm <sup>3</sup>	6,05
Tamanho médio de grãos	µm	0,5
Solubilidade Química ISO 6872	µg/cm <sup>2</sup>	<1
Radioatividade	Bq/g	<0,1

Fonte: VIPI BLOCK ZIRCONN, 2018.

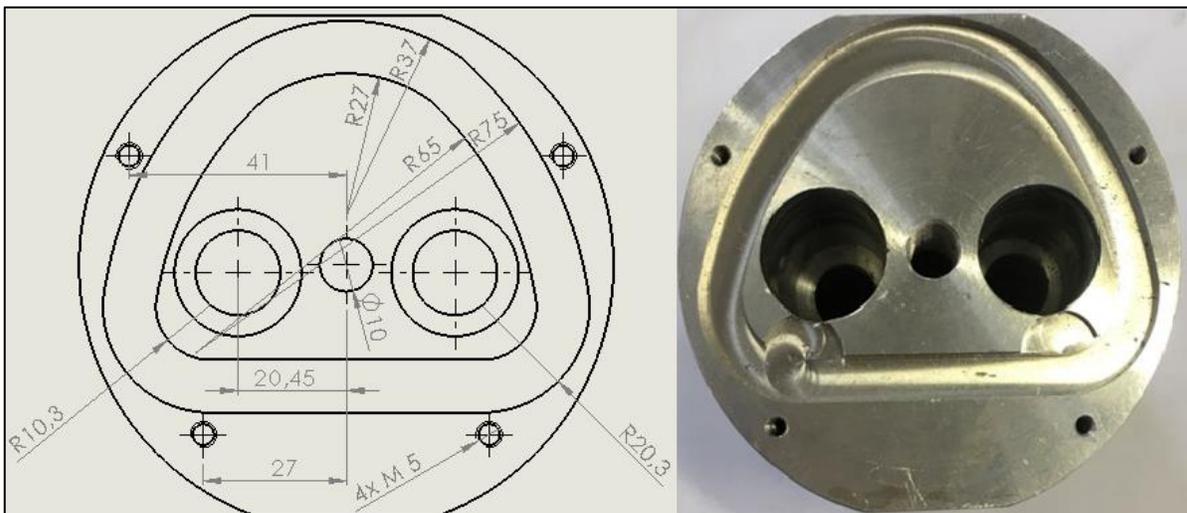
A máquina utilizada para a realização do experimento foi um centro de usinagem de três eixos, da marca ROMI, modelo D1250, com rotação máxima do seu eixo árvore de 12000 rpm. O processo de fresamento foi realizado com três fresas de topo, com diâmetro de 1 mm, com 2 arestas de corte, comparando o acabamento superficial e o rendimento da ferramenta com as três fresas de topo, com diâmetro de 1 mm e 4 arestas de corte. Todas as fresas são da marca Sumitool® de metal duro inteiriço (WC-Co), com revestimento TiAlCrSiCN para fresamento de cavidade retangular, com balanço de 10 mm, com uma penetração de trabalho (ae) igual a 1 mm.

Mediante análise da dureza do material a ser usinado e a dureza da ferramenta, determinaram-se os parâmetros de corte para os testes rotação constante de giro da fresa, avanço por dente, respectivamente:

- $n=10000$  rotações por minuto;
- $fz= 0,01$  mm/dente;
- $ap= 0,1$  mm;

Devido a geometria irregular da placa de zircônia, com formato semelhante ao da arcada dentária, foi necessário criar e fabricar um sistema de fixação para garantir a estabilidade durante o processo de usinagem de fresamento representado na Figura 11. O desenho técnico e suas dimensões se encontram no **Apêndice B** desta dissertação.

Figura 11- Sistema de fixação em alumínio 7075-T651

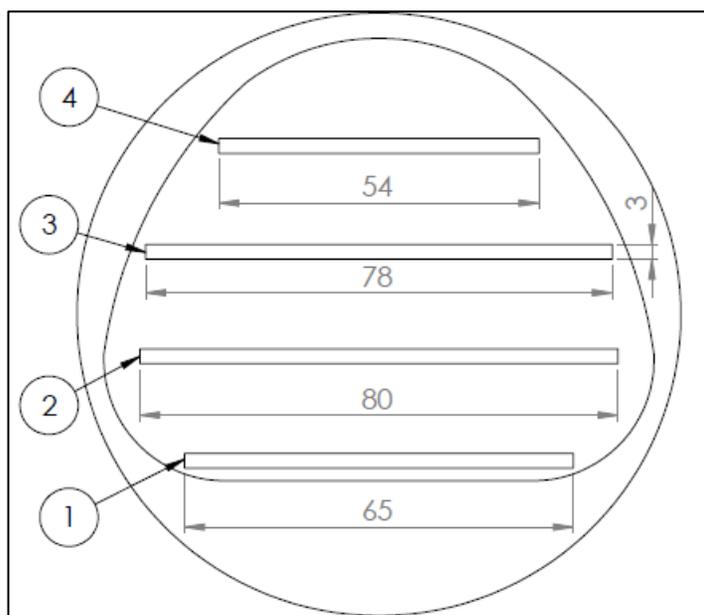


Fonte: Do Autor, 2018.

A geometria a ser usinada foi modelada em ambiente CAD no software Solidworks®, e feita de maneira que fosse possível um fresamento com profundidade final de corte de 1,3 mm, penetração de trabalho no diâmetro da fresa, para processo de fresamento de bolsa retangular conforme a Figura 12. A profundidade de corte ( $ap$ ) adotada foi de 0,1 mm por passe. A velocidade de corte ( $V_c$ ) constante adotada foi de 31,4 m/min, com uma rotação constante ( $n$ ) de 10000 rpm e avanço de corte por dente ( $fz$ ) de 0,01 mm/dente. Todos os testes foram realizados a seco. Com a variação do número de arestas pretende-se avaliar os efeitos na rugosidade superficial de cerâmicas pré-sinterizadas de  $ZrO_2-Y_2O_3$ .

O processo de usinagem das bolsas retangulares utilizando fresa de metal duro, com duas arestas de corte, foi de uma hora e cinquenta e quatro minutos. O fresamento das bolsas retangulares utilizando a ferramenta com quatro arestas de corte, foi de cinquenta e sete minutos, conforme Tabela 3.

Figura 12 – Fresamento de 4 bolsas retangulares.



Fonte: Do Autor, 2018.

Tabela 3 – Tempo total de usinagem

<b>Fresa de Metal Duro</b>	<b>Bolsa Circular Tempo de fresamento</b>	<b>Bolsa Retangular Tempo de fresamento</b>
2 arestas de corte	1 hora e 12min.	1 hora e 54min.
4 arestas de corte	36min.	57min.

Fonte: Do Autor, 2018.

Foram obtidas imagens antes e após cada processo de usinagem, sendo possível analisar o desgaste da ferramenta após cada fase do processo de fabricação. A análise das ferramentas foi realizada através de um Microscópio da marca Topcon modelo 105086, com lentes de aumento de 40 e 100 vezes, Conforme Figura 13.

Ao término da usinagem de cada uma das quatro cavidades retangulares, foram geradas imagens da superfície de saída da ferramenta e da superfície de folga da ferramenta, através de um Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV).

Figura 13 - Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV), modelo TM3000, marca Hitachi.

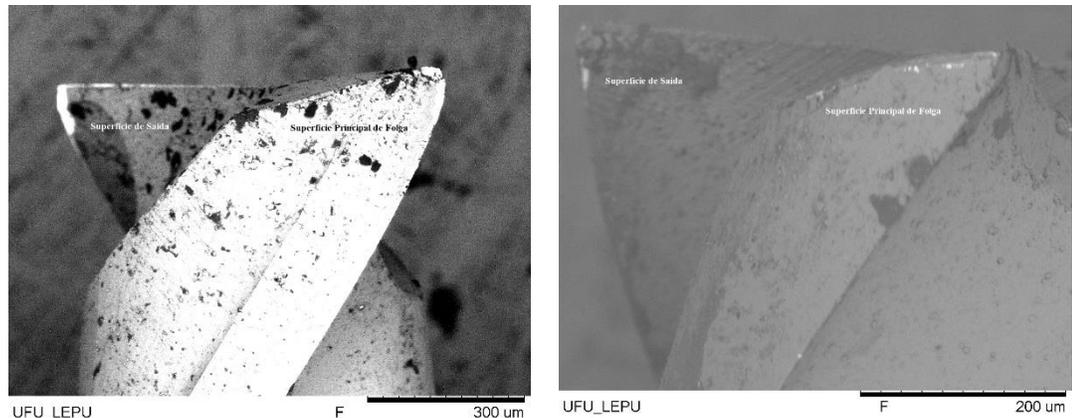


Fonte: Do Autor, 2018.

Nas imagens, observou-se o desgaste das fresas de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com 2 arestas de corte, com raio de arestas de corte de 25  $\mu\text{m}$ . Ao término dos quatro canais, foi efetuada o recolhimento dos cavacos da peça (pó) utilizando aspirador de pó manual. A sequência de procedimentos descrita acima foi repetida para fresa de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com quatro arestas de corte, com raio de arestas de 20  $\mu\text{m}$  e replicada 2 vezes. Após a usinagem de cada cavidade retangular, a ferramenta foi retirada da fresadora CNC e levada ao MEV para análise.

Ressalta-se que foram feitas imagens das ferramentas usadas em posições semelhantes às imagens das ferramentas novas. Além disso, para possibilitar a medição do desgaste, as imagens das fresas foram sobrepostas às novas, utilizando o software GIMP 2.6, como mostrado na Figura 14, onde se observa a imagem da ferramenta usada (camada cinza), sobre a imagem da ferramenta nova (camada branca).

Figura 14 - Tela do software GIMP 2.6 fresa com 2 arestas de corte utilizando camada branca (esquerda) e microfresas com 4 arestas de corte utilizando camada cinza (direita).

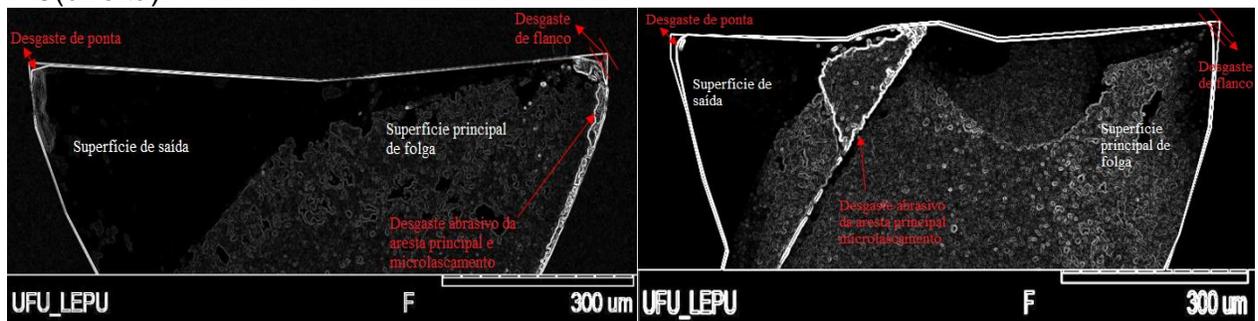


Fonte: Do autor, 2019.

O desgaste foi medido na superfície principal e secundária de folga por meio da distância encontrada através da diferença do tamanho da ponta da ferramenta nova com a usada. Para tanto, utilizou-se o software IMAGE J, como observado na Figura 15.

O software IMAGE J foi utilizado para mensurar o desgaste da fresa, após o término de cada cavidade retangular, sendo observado três aspectos em cada aresta de corte: desgaste da ponta, desgaste de flanco e desgaste da aresta principal de corte.

Figura 15– Tela do Software IMAGE J. Desgaste da fresa com 2 arestas de corte (esquerda) e fresa com 4 arestas de corte no término da cavidade retangular 3(direita).



Fonte: Do autor, 2019.

Após o fresamento com o perfilômetro TESA-rugosurf 90-G, com resolução de  $0,016 \mu\text{m}$ , com Cut-off  $0,25 \text{ mm}$  através de 3 medições em pontos distintos, foi mensurado a rugosidade média ( $R_a$ ) na base das cavidades retangulares produzidas, Figura 16.

Figura 16 – Medição de rugosidade média ( $R_a$ ) na cavidade retangular 1



Fonte: Do autor, 2019.

Foram realizadas quatro medições em pontos aleatórios dentro de cada uma das cavidades retangulares produzidas pelas fresas com duas e quatro arestas de corte, a fim de determinar a rugosidade e sua correlação com o desgaste de flanco durante o processo de microusinagem, sendo o procedimento replicado.

#### 4.3.2 Metodologia Sinterização MS

Os cavacos oriundos do processo de fresamento foram peneirados (veja o exemplo de uma peneira na figura 17) a fim de homogeneizar a granulometria do pó e valores menores ou iguais a  $75 \mu\text{m}$ .

Figura 17 – Peneiras para padronizar granulometria



Fonte: Do autor, 2019.

Os pós gerados durante o fresamento (cavacos) foram pesados na balança eletrônica analítica da marca Shimadzu (AW-320) (Figura 18), com massa igual a 3,8g.

Figura 18 – Pesagem para padronização dos corpos de prova antes da sinterização



Fonte: Do autor, 2019.

O pó de zircônia (cavaco) foi inserido em uma matriz bipartida, confeccionada em aço ABNT 1045 temperado. Seu desenho técnico e suas dimensões se encontram no **Apêndice B** desta dissertação. Foi prensado em formato de barras retangulares (8 unidades), utilizando uma prensagem uniaxial, conforme Figura 19.

Figura 19 – Prensagem do cavaco de Y-TZP em Matriz bi-partida



Fonte: Do autor, 2019.

A carga aplicada de 100 Mpa foi mantida por 30 segundos e em seguida o corpo de prova foi empurrado pelo êmbolo até sacar a chaveta e o corpo de prova retangular nas dimensões 30 mm x 7 mm x 5 mm (massa = 3,8g), sendo encaminhado para o método de sinterização MS.

Figura 20 – Forno Microondas 1700 °C–FMO 1700, Marca FORTELAB de 1,2KW a 2,45GHz;



Fonte: Do autor, 2019.

Segundo Gelfuso et al. (2006) e Barcheta (2015), observa-se que com a temperatura de sinterização de 1450 °C, apresentaram-se médias de densidade e resistência à flexão maiores. O processo de sinterização MS obteve uma cerâmica mais densa e com tamanhos de grão maiores, com tempo de temperatura menores do que o processo de sinterização CS.

Visando minimizar custos de pesquisa e obter resultados mais eficientes, a sinterização foi realizada no Forno Micro-ondas 1700 °C – FMO 1700 (veja a Figura 20) de 1,2KW a 2,45GHz, a uma temperatura de 1450 °C, durante 15 minutos com temperatura de resfriamento igual a 25 °C. O tempo total do processo entre aquecimento e resfriamento foi de 2 horas 30 minutos. Após retirado do forno, o corpo de prova foi medido e pesado para verificar se houve perda de massa.

Figura 21 - Microdurômetro eletrônico HM-102



Fonte: Do autor, 2019.

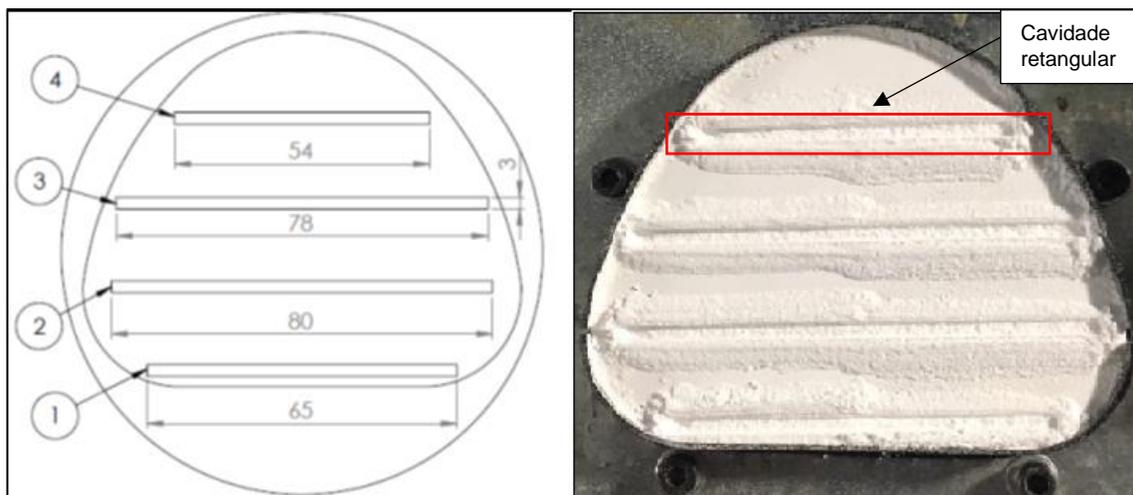
As barras foram submetidas ao teste de microdureza Vickers no Microdurômetro de modelo HM-102 da Mitutoyo. A penetração aconteceu com um diamante piramidal de bases iguais e com ângulo entre as faces de 136°, ensaio realizado com 1 kgf de carga chamado de HV 1, Figura 21.

## 5 RESULTADOS, ANÁLISES E DISCUSSÃO

### 5.1 USINAGEM DE MATERIAL CERÂMICO PRÉ SINTERIZADO $ZrO_2 - Y_2O_3$ .

Nesta seção, serão apresentados os resultados relacionados ao desgaste das ferramentas de corte, durante o processo de usinagem por fresamento. A usinagem do material cerâmico ocorreu em sua fase pré-sinterizada, no estado de corpo branco. Nesta forma, simulou-se exatamente as condições que protéticos e odontólogos utilizam para confeccionar suas próteses dentárias. A linguagem de programação da máquina SHOPMILL, foi utilizada para a programação de quatro cavidades retangulares com fresamento nas dimensões descritas na Figura 22, à esquerda. À direita desta mesma figura, observa-se a placa de Y-TZP já usinada. Pode se observar que a fissura do material ocorre no processo de usinagem por fresamento, principalmente nas extremidades do bloco cerâmico. No entanto, este fato não inviabiliza o processo, nem interfere no acabamento final das peças usinadas.

Figura 22– Sequência de usinagem e dimensões em milímetros (esquerda), bolsas retangulares usinadas (direita).

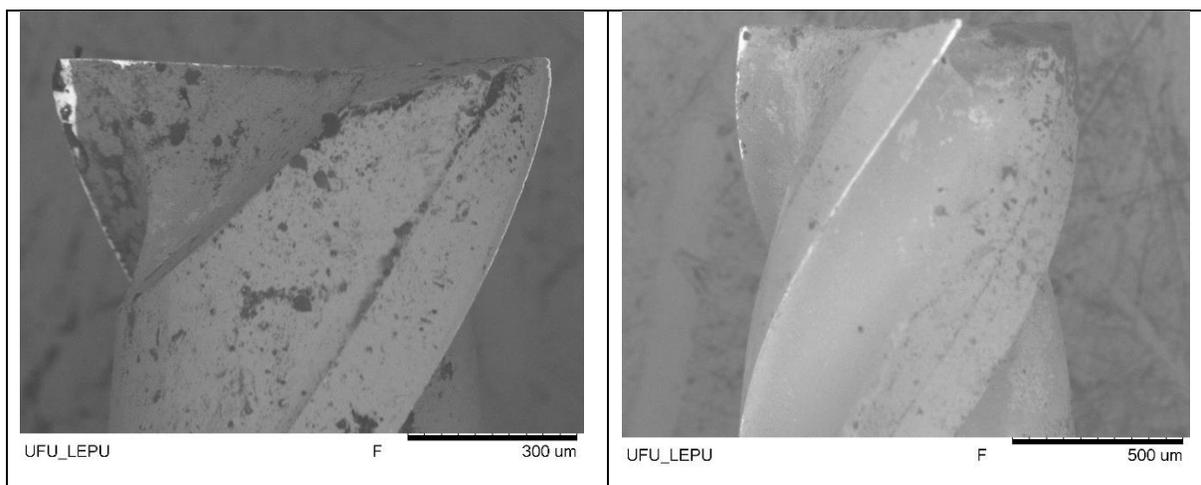


Fonte: Do autor, 2019.

Após o processo de usinagem, as ferramentas de corte foram analisadas em microscópio eletrônico de varredura, com o objetivo de verificar seu desgaste durante o processo. As imagens obtidas são apresentadas nas figuras 23 e 24.

Na figura 23, evidencia-se as imagens da superfície de saída e da superfície secundária de folga das fresas de topo de 1 mm ao término da cavidade retangular 3. É possível observar um desgaste por abrasão e micro lascamentos nas fresas. Observa-se também uma redução do diâmetro e um aumento do raio de arestas de corte de 25  $\mu\text{m}$  ( $r1$ ) para 30  $\mu\text{m}$  ( $r2$ ) nas microfresas de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com 2 arestas de corte. Para microfresa de topo de metal duro com diâmetro de 1 mm com quatro arestas de corte, houve uma variação do raio de arestas de 20  $\mu\text{m}$  ( $r1$ ) para 38  $\mu\text{m}$  ( $r2$ ).

Figura 23 – Desgaste do raio de aresta de corte ao término da cavidade retangular 3



Fonte: Do autor, 2019.

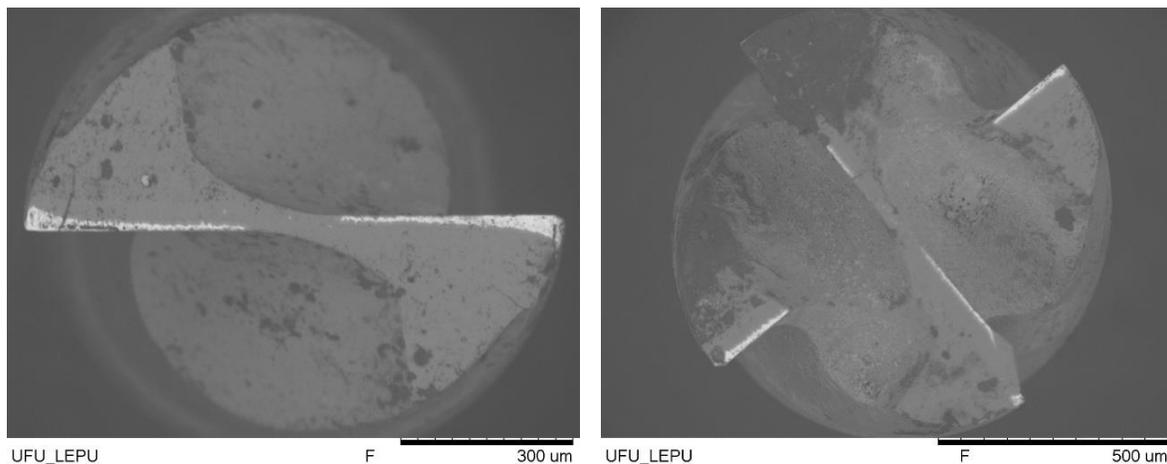
Nota: Imagens da vista no topo da fresa com 2 arestas corte (esquerda), 4 arestas de corte (direita).

A figura 24 apresenta as imagens vistas no topo da fresa de metal com 2 arestas corte e ocorrência de desgaste por abrasão (esquerda), abrasão e lascamento na fresa de metal com 4 arestas de corte (direita), ambas com 1 milímetro de diâmetro ao término da cavidade retangular 4.

A Figura 25 mostra a evolução do comprimento do desgaste de flanco em função do volume de material removido, apresentando uma variação de 38,96  $\mu\text{m}$  a 136,36  $\mu\text{m}$  para fresas com 2 arestas de corte, e uma variação de 45,8  $\mu\text{m}$  a 237,1  $\mu\text{m}$  para fresas com 4 arestas de corte. Ao final do fresamento, analisando as imagens da Figura 24, foi possível notar uma redução do diâmetro da fresa de 1 mm para 934  $\mu\text{m}$ , e o raio das arestas de corte variou de 25  $\mu\text{m}$  ( $r1$ ) para 30  $\mu\text{m}$  ( $r2$ ), proveniente

de desgaste por abrasão nas duas arestas de corte. Na fresa de quatro arestas de corte ao término da quarta cavidade retangular, a redução no diâmetro foi para 896  $\mu\text{m}$ , e o raio das arestas de corte variou de 20  $\mu\text{m}$  ( $r1$ ) para 38  $\mu\text{m}$  ( $r2$ ) com a presença de adesão de  $\text{ZrO}_2\text{-Y}_2\text{O}_3$  nas arestas de corte, desgaste por abrasão e lascamento em algumas arestas de corte, onde ocorreu ligeira diminuição de 19  $\mu\text{m}$  ( $r3$ ) no raio, sendo que durante as réplicas, as arestas que sofreram lascamento apresentaram valores de raio superiores a ( $r2$ ) corroborando os estudos de (Ucun; Aslantas; Bedir. 2013).

Figura 24 – Vista de topo das arestas de corte ao término da cavidade retangular 4



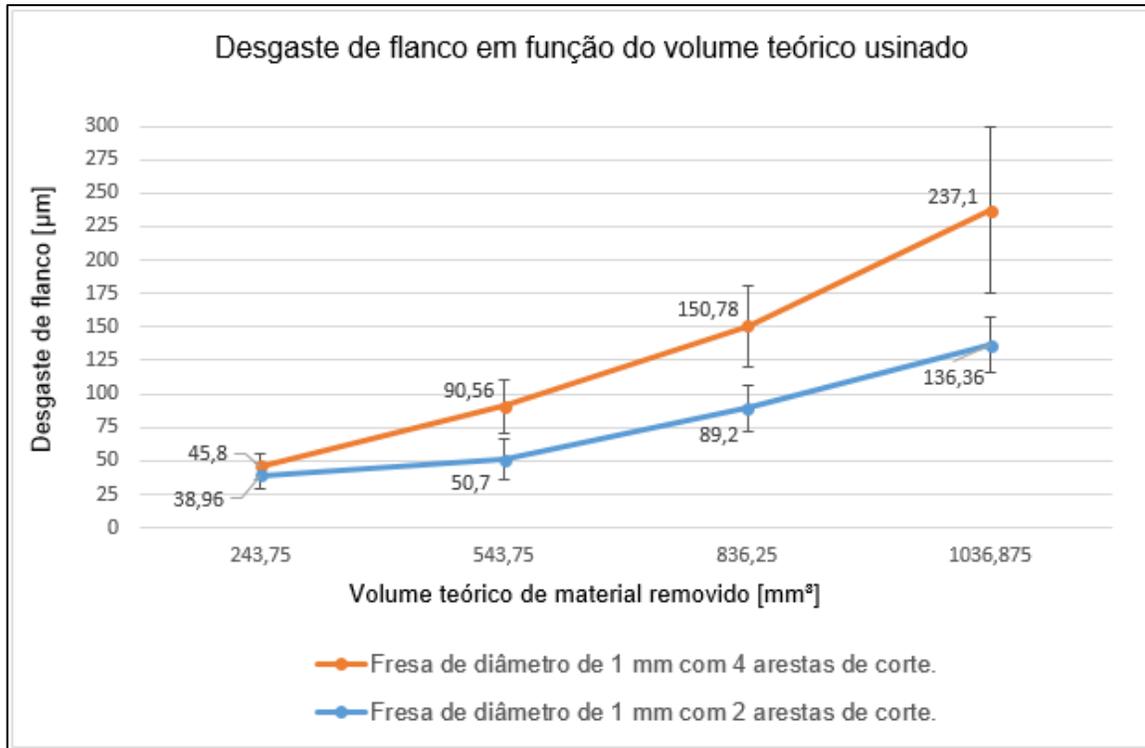
Fonte: Do autor, 2019.

Nota: Imagens da vista no topo da fresa com 2 arestas de corte (esquerda), 4 arestas de corte (direita).

Acreditava-se que se as fresas usinassem mais uma cavidade retangular, este valor de raio ( $r3$ ) poderia se estabilizar. Porém, optou-se por parar o experimento assim que se detectou o fim de vida da ferramenta com 4 arestas de corte.

É relevante ressaltar que o desvio padrão obtido na fresa com 4 arestas de corte foi superior a 50% devido à quebra de arestas de corte durante a execução da cavidade retangular 4, e conseqüentemente gerou uma sobrecarga maior nas arestas de corte restantes, havendo aumento do batimento devido ao desbalanceamento, e conseqüente aumento de rugosidade superficial, Figura 25.

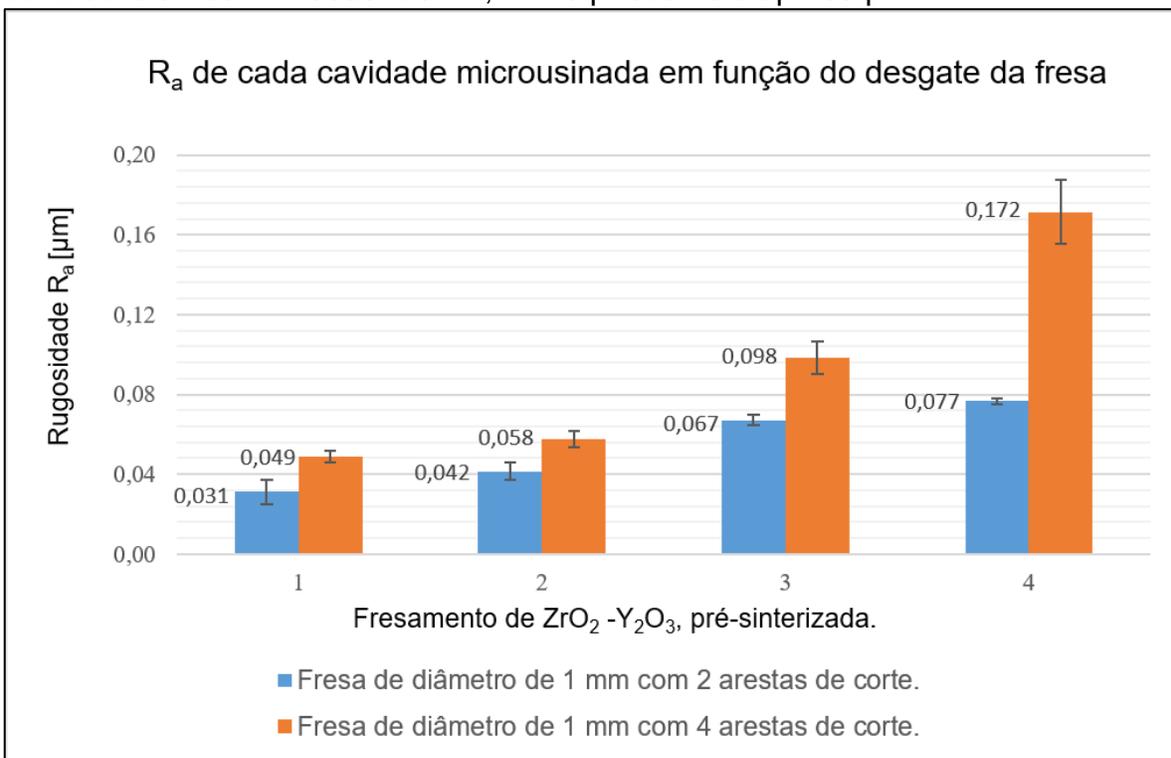
Figura 25 – Desgaste de flanco da fresa de metal duro com 1mm de diâmetro em função do volume teórico.



Fonte: Do autor, 2019.

A Figura 26 apresenta o efeito do desgaste gradativo da fresa de metal duro com 1mm de diâmetro na superfície usinada de  $ZrO_2 - Y_2O_3$ , pré-sinterizada. Utilizando parâmetros de corte constantes e semelhantes, sem utilização de fluido lubrificante, evidencia-se uma correlação dos parâmetros de rugosidade ( $R_a$ ) em função do número de arestas de corte. Após o fresamento, com o perfilômetro TESA-rugosurf 90-G, com resolução de  $0,016 \mu m$ , com Cut-off  $0,25mm$  através de 3 medições em pontos distintos, foi mensurado a rugosidade média ( $R_a$ ) na base das cavidades retangulares produzidas.

Figura 26 – Rugosidade Superficial ( $R_a$ ) no fundo de cavidades retangulares em função do desgaste da fresa de metal duro de diâmetro de 1mm com parâmetros de corte constantes:  $n=10000$  rot/min,  $f_z=10$   $\mu\text{m}/\text{dente}$  e  $a_p 100$   $\mu\text{m}$ .



Fonte: Do autor, 2019.

Os valores médios encontrados após duas réplicas, caracterizam uma variação entre 0,031  $\mu\text{m}$  a 0,77  $\mu\text{m}$  para fresas com duas arestas de corte. A rugosidade ( $R_a$ ) para fresas com 4 arestas de corte apresentou uma variação de 0,049  $\mu\text{m}$  a 0,172  $\mu\text{m}$ , com lascamento de arestas de corte, ao término da cavidade retangular 4, conforme Figura 26.

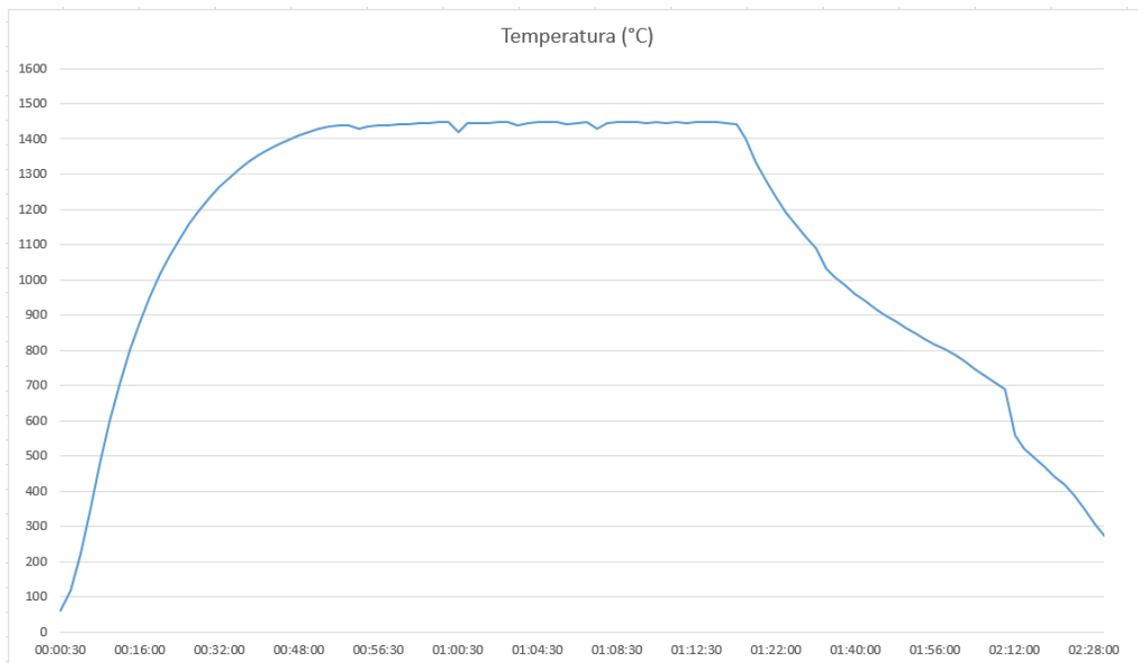
## 5.2 SINTERIZAÇÃO

Após o processo de fresamento, a fim de retirar impurezas e partículas sólidas provenientes de fraturas da fresa de metal duro e do bloco de zircônia pré-sinterizada, o cavaco resultante foi peneirado com grana de 75  $\mu\text{m}$ . O pó foi pesado e as amostras padronizadas com massa de 3,8 g  $\pm$  0,1 g, sendo compactadas em matriz bipartida uniaxialmente sob pressão de 100 Mpa. Foram confeccionadas 8 barras retangulares,

nas dimensões 30mm x 7mm com tolerância dimensional de  $\pm 0,3$ mm na espessura de 5mm.

Através do software FlexLab foi possível monitorar, utilizando um termopar do tipo S, o ciclo completo de sinterização no Forno Microondas 1700 °C – FMO 1700, Marca FORTELAB de 1,2KW a demonstrado na Figura 27. Utilizou-se a mesma curva de aquecimento e resfriamento para todos os corpos de prova, garantindo uma padronização dos corpos sinterizados.

Figura 27 – Taxa de aquecimento e patamar de sinterização

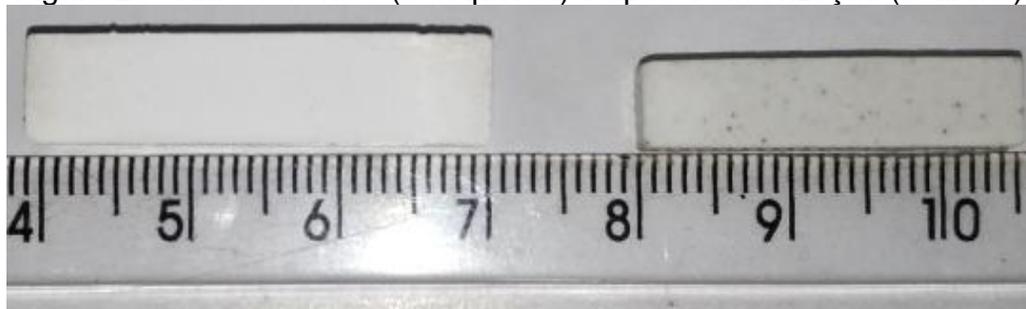


Fonte: Do autor, 2019.

Durante a rampa de aquecimento, o forno apresentou uma taxa de aquecimento de 29,9 °C/min, atingindo a temperatura de 1430 °C com tempo de patamar igual a 0 min. Imediatamente o software FLEXLAB acionou a segunda rampa para atingir a temperatura de sinterização de 1450 °C, com uma taxa de aquecimento de 7 °C/min, com um tempo de patamar de 15 min. Logo após a sinterização, o forno começou o processo de resfriamento com uma taxa de resfriamento de 20 °C/min, até a temperatura de 25 °C, dos quais foram retirados os corpos de prova.

Ao término do processo de sinterização, os corpos de provas retangulares foram medidos, e em média apresentaram as seguintes dimensões: 24,9mm x 5,9mm x 3,5mm. Os corpos de prova apresentaram uma variação dimensional em todas as dimensões de +- 0,3 mm se comparado de um corpo de prova para outro, não sendo detectado variações no peso de 3,8 g, apenas variações de volume da ordem de 49% em relação ao corpo de prova a verde. Acredita-se que a variação dimensional pode se dar devido a vazios (vacâncias) provenientes do processo de prensagem unidirecional a seco sem o uso de fase líquida para a prensagem. A Figura 28 apresenta os corpos de prova antes e depois do processo de sinterização. Pode-se observar uma contração no volume, o que é um indicativo de que o processo de sinterização ocorreu de forma efetiva.

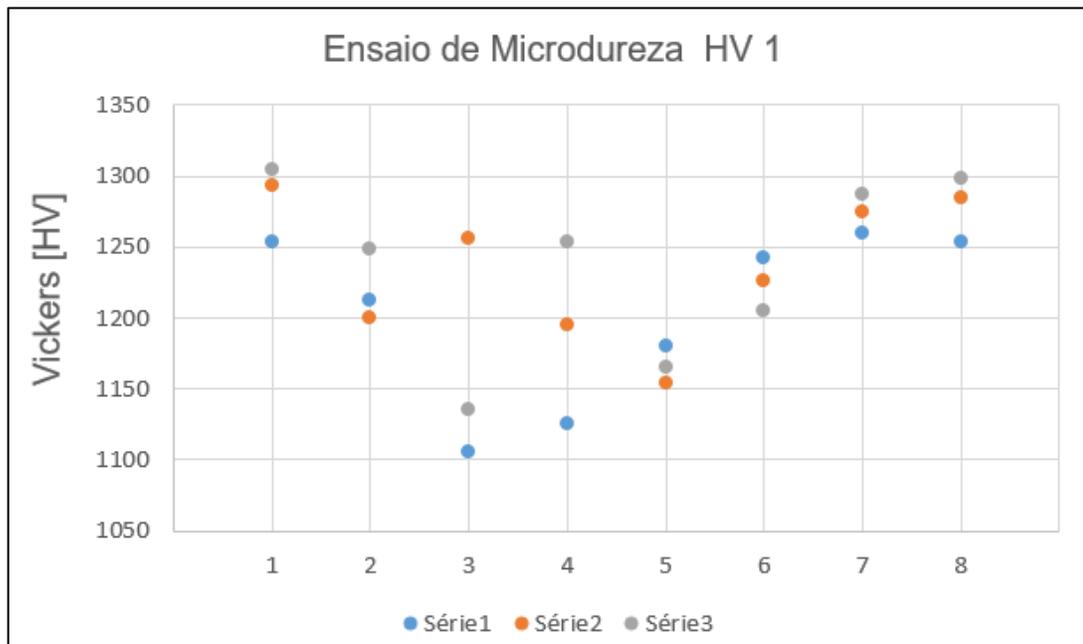
Figura 28– Amostra antes (a esquerda) e após a sinterização (a direita)



Fonte: Do autor, 2019.

Os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de microdureza Vickers. A penetração aconteceu com um diamante piramidal de bases iguais e com ângulo entre as faces de 136°. O ensaio foi realizado com 1 kgf de carga, chamado de HV 1.

Figura 29– Ensaio de Microdureza Vickers HV 1

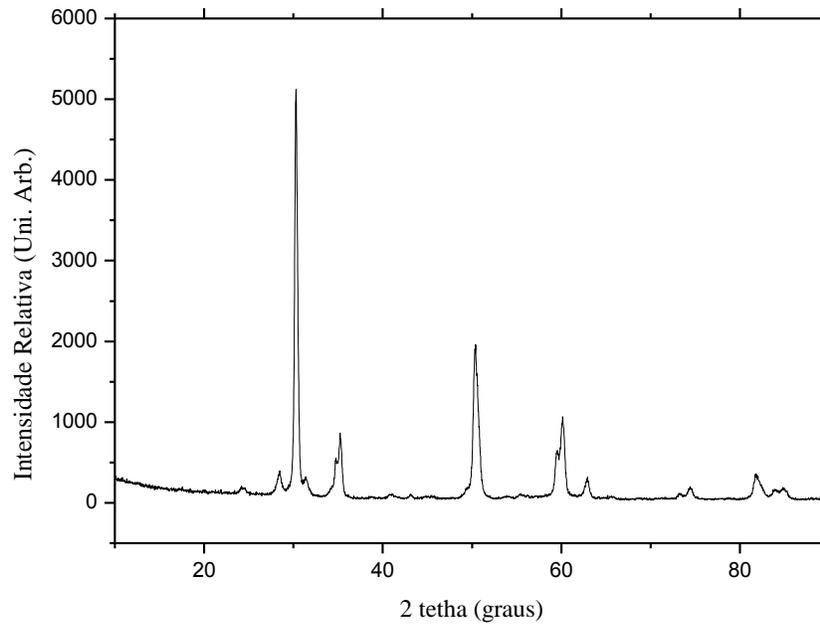


Fonte: Do autor, 2019.

As medidas foram realizadas em 3 pontos distintos das barras retangulares, e os valores encontrados se apresentam na Figura 29. Nas amostras 1, 2, 6, 7 e 8, a microdureza encontrada indica que houve sinterização do cavaco de Y-TZP, porém nas barras retangulares 3, 4 e 5, os valores encontrados são condizentes à uma pré-sinterização do cavaco, demonstrando uma necessidade maior de investigação do processo de reciclagem do cavaco.

Após a sinterização, as fases presentes nos corpos de prova foram identificadas por difratometria de raios X e quantificadas pelo método de Rietveld. Na Figura 30, é apresentado um difratograma para um dos corpos de prova após o processo de sinterização. Vale ressaltar aqui que, parte do corpo de prova foi moído e o pó submetido à análise de difração de raios X. Também é importante informar que o difratograma apresentado na figura 30 é comum a todos corpos de prova.

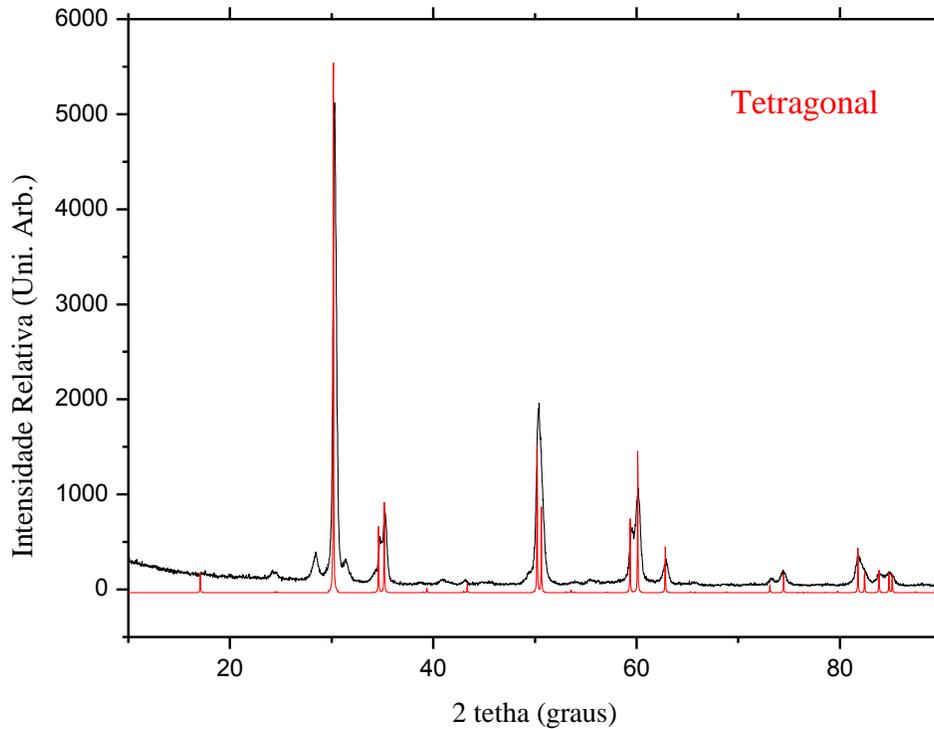
Figura 30– Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados.



Fonte: Do autor, 2019.

Realizando uma análise mais detalhada do difratograma da figura 30, podemos observar a presença de três fases. A tetragonal (figura 31 em vermelho), sobreposta a fase cúbica (figura 32 em azul), e também traços de fase monoclinica (setas na figura 32).

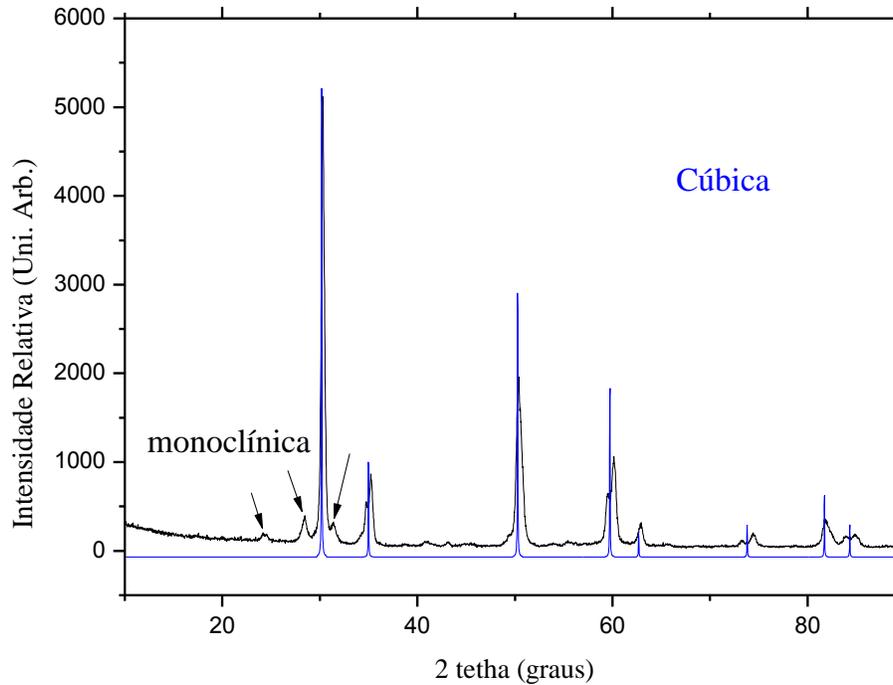
Figura 31 – Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados comparado ao difratoograma simulado para a estrutura tetragonal.



Fonte: Do autor, 2019.

As fases tetragonal e monoclinica foram identificadas tanto no cavaco quanto nos pós sinterizados. Assim, é necessário um estudo sistemático do processo de sinterização por micro-ondas, a fim de minimizar a presença da fase monoclinica, pois a transformação tetragonal para monoclinica é acompanhada por uma variação de volume (3-5%). Assim, o material reciclado pelo método proposto neste trabalho poderá sofrer uma variação brusca de volume, resultando no aparecimento de trincas, o que possivelmente levará à ruptura do material ao passar pela temperatura de transformação, o que demanda mais estudos para melhoria no processo de reciclagem para coibir o aparecimento da fase monoclinica no DRX.

Figura 32 – Difratoograma do corpo de prova pós sinterizados comparado ao difratograma simulado para a estrutura Cúbica (em azul). As setas indicam a presença de fase monoclinica.



Fonte: Do autor, 2019.

A análise de DRX mostrou que a fase tetragonal prevaleceu em todos os grupos, corroborando os resultados encontrados por Barcheta (2015) e Almeida et al. (2015). Este é um forte indício que a Y-TZP, proveniente de processos de usinagem, pode ser 100% reciclada, diminuindo a geração de resíduos deste material, e possibilitando uma cadeia sustentável, com a produção de novos produtos oriundos dos métodos propostos nesta dissertação.

## 6 CONCLUSÃO

Os resultados obtidos mostraram que houve uma redução média de 66  $\mu\text{m}$  do diâmetro das fresas de topo com duas arestas de corte, ocasionado pela evolução do desgaste das superfícies de folga primárias e secundárias, apresentando um desgaste de flanco máximo médio de 136,36  $\mu\text{m}$ , e um (Ra) mínimo 0,031  $\mu\text{m}$  na cavidade retangular 1, e um (Ra) máximo 0,077  $\mu\text{m}$ , sem apresentar indícios de fim de vida ao término da cavidade retangular 4 com um volume teórico removido de 1036,875  $\text{mm}^3$ .

As fresas de topo com 4 arestas de corte apresentaram um (Ra) mínimo 0,049  $\mu\text{m}$  na cavidade retangular 1, uma redução média de 104  $\mu\text{m}$  do diâmetro da ferramenta, ocasionado pela evolução do desgaste das superfícies de folga primárias e secundárias, apresentando um desgaste de flanco máximo médio de 150,78  $\mu\text{m}$  e um (Ra) máximo 0,098  $\mu\text{m}$ , ao término da cavidade retangular 3, volume teórico removido de 836,25  $\text{mm}^3$ . Conclui-se que a fresa com duas arestas de corte possibilitou um melhor rendimento em termos de volume de material usinado e acabamento superficial obtido mediante ao comportamento dúctil do material cerâmico de  $\text{ZrO}_2$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ , pré-sinterizado, durante a usinagem.

A principal vantagem do processo micro-ondas está na velocidade de sinterização se comparado com o processo de sinterização por resistência elétrica convencional. Com 15 minutos efetivos a uma temperatura de 1450  $^\circ\text{C}$ , foi possível sinterizar cavacos de zircônia estabilizada com 3% de Ítria com um tempo total do processo de 2 horas e 30 minutos, corroborando com as temperaturas e tempo de sinterização obtidos por Gelfuso et al. (2006) para o processo MS. Ainda segundo Gelfuso et al. (2006) processo de sinterização por resistência elétrica seria necessárias 2 horas a uma temperatura de 1450  $^\circ\text{C}$  com um tempo total estimado de 10 horas entre aquecimento e resfriamento do forno neste processo.

Ao realizar o teste de microdureza Vickers, foram detectadas durezas entre 1250 HV a 1305 HV. Esta variação pode ser atribuída a porosidades e defeitos micro-estruturais após a sinterização. No entanto, os valores encontrados são compatíveis com blocos sinterizados comerciais, o que comprova que pós de Y-TZP oriundos de processos de usinagem podem ser reutilizados.

## REFERÊNCIAS

- ALMAZDI, A. A.; KHAJAH, H. M.; MONACO JUNIOR, E. A.; KIM, H. Applying microwave technology to sintering dental zirconia. **J Prosthet Dent.** 2012 Nov;108(5):304-9.
- ALMEIDA, V. C.; LUCATTO, B. C.; LUZ, J. N.; ARATA, A.; BARCHETTA, N. F.; SAAVEDRA, G. S. F. A.; **O efeito do tempo de sinterização por micro-ondas nas características microestruturais de uma cerâmica odontológica** [Trabalho de conclusão de curso]. São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Univ Estadual Paulista;2015.
- ASSIS, J. M. K. **Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais.** 2008. 116 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciências e tecnologia de Materiais e Sensores) – Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INEP), São José dos Campos, 2008.
- ASTM: C-1421-99, “Standard test method for determination of fracture toughness of advanced ceramics at ambient temperature”, in *Fatigue and Fracture Mechanics: 32nd Volume*, ed. R. Chona, p. 315-335, 2002.
- BARCHETTA, N. F. **Protocolo para sinterização de zircônia odontológica por energia de micro-ondas.** 2015. 73 f. Dissertação (Mestrado em ODONTOLOGIA RESTAURADORA, especialidade PRÓTESE DENTÁRIA). São José dos Campos (SP): Instituto de Ciência e Tecnologia, UNESP - Universidade Estadual Paulista; 2015.
- CALLISTER, William; RETHWISCH, David. **Ciência e engenharia de materiais: Uma introdução.** 5 ed. São Paulo: LTC, 10cap. 2012.
- CIMM. **Exigências básicas para um material de corte.** Disponível em: <[http://www.cimm.com.br/portal/noticia/material\\_didatico/4806](http://www.cimm.com.br/portal/noticia/material_didatico/4806)>. Acesso em 27 mar. 2018.
- CIMM. **Ferramenta de corte de geometria definida.** Disponível em: <[http://www.cimm.com.br/portal/material\\_didatico/3357-ferramentas-de-corte-de-geometria-definida](http://www.cimm.com.br/portal/material_didatico/3357-ferramentas-de-corte-de-geometria-definida)>.Oruzi8WPWHM. Acesso em 28 mar. 2018.
- CUTLER, R. A.; REYNOLDS J.R.; JONES, A. Sintering and characterization of polycrystalline monoclinic, tetragonal, and cubic zirconia. **Journal of the American Ceramic Society**, v.75, n.8, p.2173-2183, 1992.
- DEMARBAIX, A.; RIVIÈRE-LORPHÈVRE, E.; DUCOBU, F.; FILIPPI, E.; PETIT, F.; PREUX, N. Behaviour of pre-sintered Y-TZP during machining operations:

Determination of recommended cutting parameters. **Journal of Manufacturing Processes**, v.32, n.7, p.85-92, 2018.

DA LUZ, M. S.; FERREIRA A.; DE CAMPOS, A.; CORRÊA, L. E.; MACHADO, A. J. S. **Materials Research Innovations**, vol.19 n.2, p. 129-132,2015.

DIAS, R. **Sustentabilidade: origem e fundamentos; educação e governança global; modelo de desenvolvimento.**Sao Paulo: Atlas, ed.,2015, 248p.

DINIZ, Anselmo Eduardo; MARCONDES, Francisco Carlos; COPPINI, Nivaldo Lemos. **Tecnologia da usinagem dos materiais**. 6.ed.São Paulo: Artliber, 2008.262 p.

DNPM. **Sumario Mineral, Departamento Nacional de Produção Mineral , Brasileira, MME**. Disponível em:<<http://www.dnpm.gov.br>>. Acesso em: 20 de maio de 2018.

FERRARESI, D. **Fundamentos da usinagem dos metais**. São Paulo: Edgard Blücher, 2011.

FILIZ, S; CONLEY, C. M.; WASSERMAN, M. B.; OZDOGANLAR, O. B. An experimental investigation of micro-machinability of copper 101 using tungsten carbide micro-endmills. **International Journal of Machine Tools & Manufacture**. V47, p.1088-1100, 2007.

Gelfuso MV, Capistrano D, Thomazini D, Grzebielucka EC, Chinelatto AL, Chinelatto ASA. **Estudos das propriedades de cerâmicas de ZrO<sub>2</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sinterizadas em forno convencional e de microondas**. S/L:S.E.;2006. Disponível em: [http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/\\_Public/42/105/42105335.pdf](http://www.iaea.org/inis/collection/NCLCollectionStore/_Public/42/105/42105335.pdf). Acessado em: 18 Maio 2018. [Anais do 50° Congresso Brasileiro de Cerâmica; Guarujá, SP]

GERMAN, R. M. **Sintering theory and practice**. New York: John Wiley & Sons, 1996. XV, 550 p.

GROZA , J.R.; DOWDING, R. J. Nanoparticulate materials densification. **Nanostructured Materials**, v.7, p.749-768, 1996.

GUERRIERI, Glauco L. & MIGUEL, R.C. **Implantologia Oral**. Editora Guanabara Koogan 1982: 8-9.

HANNINK, R.H.J.; KELLY, P.M.; MUDDLE, B.C. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. **Jornal American Ceramic Society** Vol. 83, nº6, p 461-487, 2000.

HENCH, L. & POLAK, J. Third-generation biomedical materials. **Science's STKE**. São Carlos, v.295, February, p 1014-1017, 2002.

ISO 6872:2015 – specifies the requirements and the corresponding test methods for dental ceramic materials for fixed all-ceramic and metal ceramic restorations and prostheses.

ISO 18754:2013 - Fine ceramics (advanced ceramics, advanced technical ceramics) — Determination of density and apparent porosity

ISO 10993-5:2009 – Biological evaluation of medical devices — Part 5: Tests for in vitro cytotoxicity

LUO, J.; ADAK, S.; STEVENS, R. **Microstructure evolution and grain growth in the sintering of 3Y-TZP ceramics**. J Mater Sci. 1998;(33):5301-9.

KELLY, J.R.; DENRY I. State of the art of zircônia for dental applications. **Dental Materials**. Dallas, v.24 nº3, march, p 299-307, 2008.

MACHADO, A. R.; ABRÃO, A. M.; COELHO, R. T.; DA SILVA M. B. **Teoria da Usinagem dos Materiais** – São Paulo: Editora Blucher, 2011.371.

MAGNANO, R. O.; SCHETTINNO, R. M.; MARCZUK, V. C.; SILVA JUNIOR, R. B.; MOREIRA, C. C. A.; SANTOS, C. Evaluation of an yttria-stabilized zirconia ceramic ( $ZrO_2$ - $Y_2O_3$ ) used as dental material. **Full Dent Sci**. 2013;5(17):117-22.

MENEZES, R. R.; SOUTO, P.M.; KIMINAMI, G. A. Sinterização de cerâmicas em micro-ondas. Parte I: Aspectos Fundamentais. **Cerâmica Industrial**. São Carlos, v.10 nº1, Janeiro/Fevereiro, p 1-10, 2007.

PEREIRA DA SILVA, Cristiano. **Caracterização mecânica de cerâmica à base de  $ZrO_2$  (3% $Y_2O_3$ ) nano e microparticuladas**. 2009. 113f. Dissertação (Mestrado em Ciências Mecânicas) - Tecnologia, Brasília/DF, 2009.

PINHEIRO, Tatiana B. **Processamento e caracterização da microestrutura e de algumas propriedades mecânicas da zircônia parcialmente estabilizada com ítria e da parcialmente estabilizada com magnésia**. 2008. 108 f. Dissertação (Mestrado em Ciências em Engenharia Metalúrgica e de Materiais) – Universidade Federal do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2008.

REBEYKA, Claudimir José. **Princípios dos processos e fabricação por usinagem**. Curitiba: Intersaberes, 2016. 291p.

RIBEIRO, M. J.; VENTURA J. M.; LABRINCHA J. A. A Atomização como Processo de Obtenção de Pós para a Indústria Cerâmica. **Cerâmica Industrial**. São Carlos, v.6 nº5, Setembro/Outubro, p 34-40, 2001.

SANTOS, S; CASTANHO, Mello. **Caracterização físico-química de pós de óxido de ítrio**. Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 2008. 18, Porto de Galinhas, 2008.

SANTOS, Claudinei; ELIAS, Carlos. Comparação das propriedades mecânicas e biocompatibilidade de blocos de zircônia nacionais e importados para uso em próteses implantossuportadas. **Brasil Implant**, São Paulo, n. 13-16, jul/set.2007.

SANTOS, Sandro C.; SALES, Wisley F. **Aspectos tribológicos da usinagem dos materiais**. 1ª Ed. São Paulo: 2007. 246 p.

SILVA, A. G. P.; ALVES JÚNIOR, C. Teoria de sinterização por fase sólida; uma análise crítica de sua aplicação. **Cerâmica**. 1998 Sep-Oct;44(289):171-6.

SOUZA, J.V.C.; NONO, M.C.A.; MINEIRO, S.L., **Effect of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> on microstructure and crystalline phase zirconia ceramics**, Congresso da Sociedade de Pesquisas em Materiais (SBPMat 2006), Florianópolis – SC. Anais do SBPMat 2006.

STAWARCZYK, B.; OZCAN, M; HALLMANN, L.; ENDER, A.; MEHL, A.; HAMMERLET, CH. The effect of zirconia sintering temperature on flexural strength, grain size, and contrast ratio. **Clin Oral Investig**. 2013;17(1):269-74.

STEVENS, in **Engineered Materials Handbook**, Vol. 4, Ceramics and Glasses. Ed. S. J. Schneider, Jr., ASM International, EUA (1991).

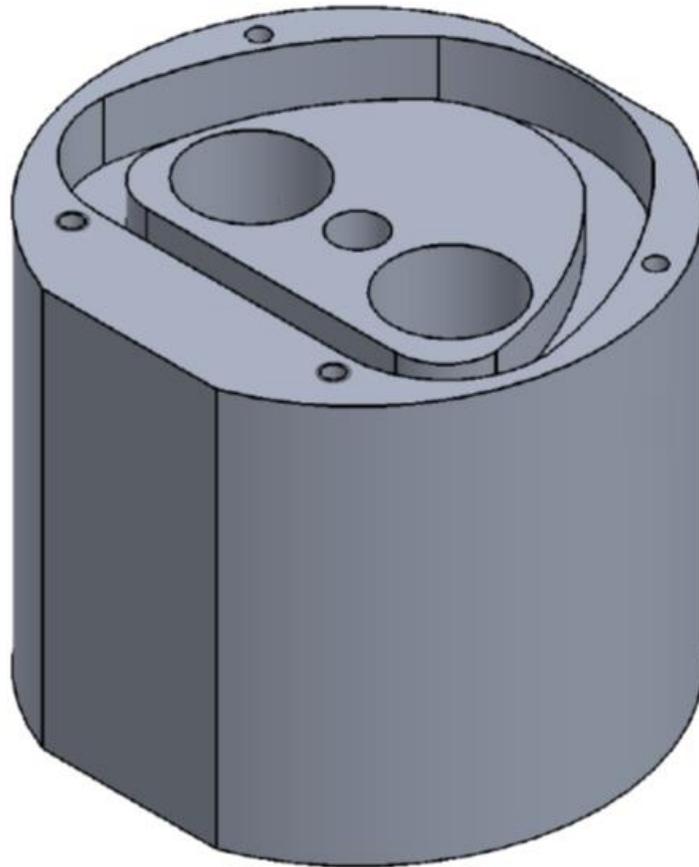
UCUN, I., ASLANTAS, K., BEDIR, F. An experimental investigation of the effect of coating material on tool wear in micro milling of Inconel 718 super alloy. **Wear** v. 300, p. 8-19, 2013.

Upadhyaya DD, Ghosh A, Dey GK, Prasad R, Suri AK. **Microwave sintering of zirconia ceramics**. J Mater Sci. 2001; 36:4707-10.

UPADHYAYA, A. e UPADHYAYA, G. S. **Powder Metallurgy: Science, Technology and Materials**. Universities Press, 2011.

YAMAGATA, Chieiko. **Influência das condições de síntese por precipitação nas características da zircônia estabilizada com MgO e aplicada no sistema ZrO<sub>2</sub> – MgO – Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**. 2004. 188 f. Tese (Doutorado em Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais) – Autarquia Associada a Universidade de São Paulo, São Paulo, 2004.

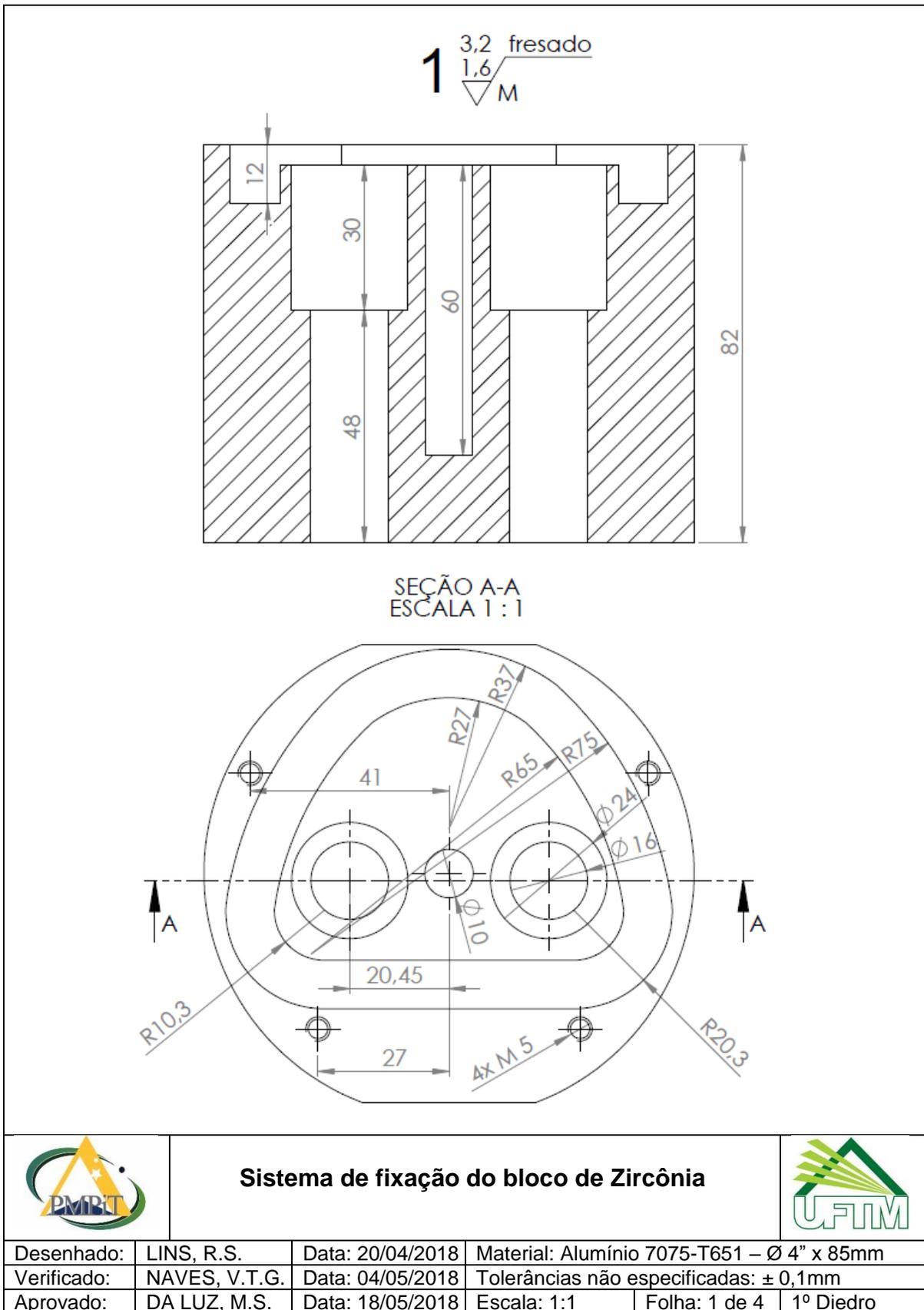
## APÊNDICE A – Desenho Técnico de Sistema de Fixação do bloco de Zircônia



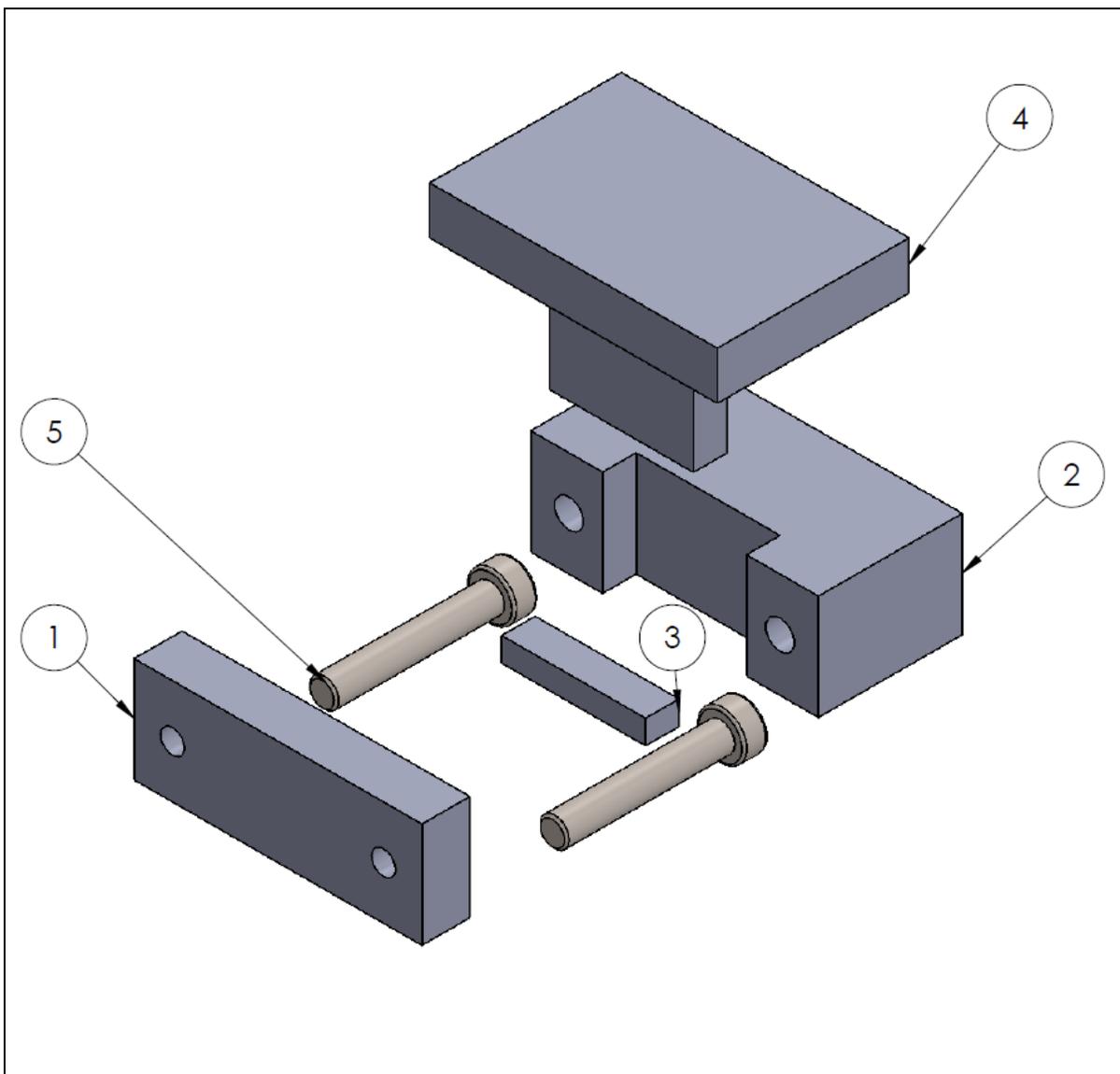
### Sistema de fixação do bloco de Zircônia



Desenhado:	LINS, R.S.	Data: 20/04/2018	Material: Alumínio 7075-T651
Verificado:	NAVES, V.T.G.	Data: 04/05/2018	Tolerâncias não especificadas: $\pm 0,1\text{mm}$
Aprovado:	DA LUZ, M.S.	Data: 18/05/2018	Escala: 1:1      Folha: 1 de 4      1º Diedro

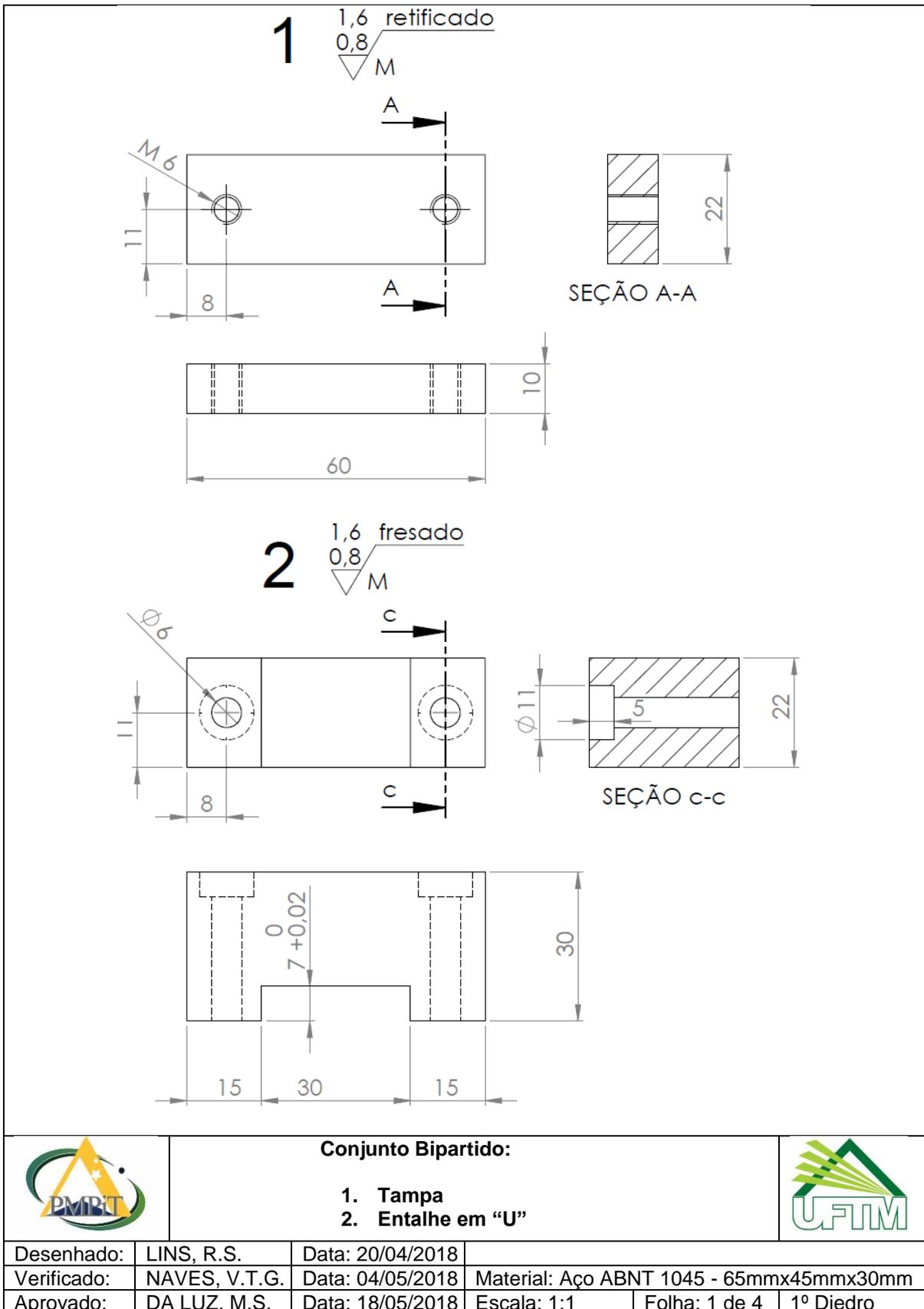


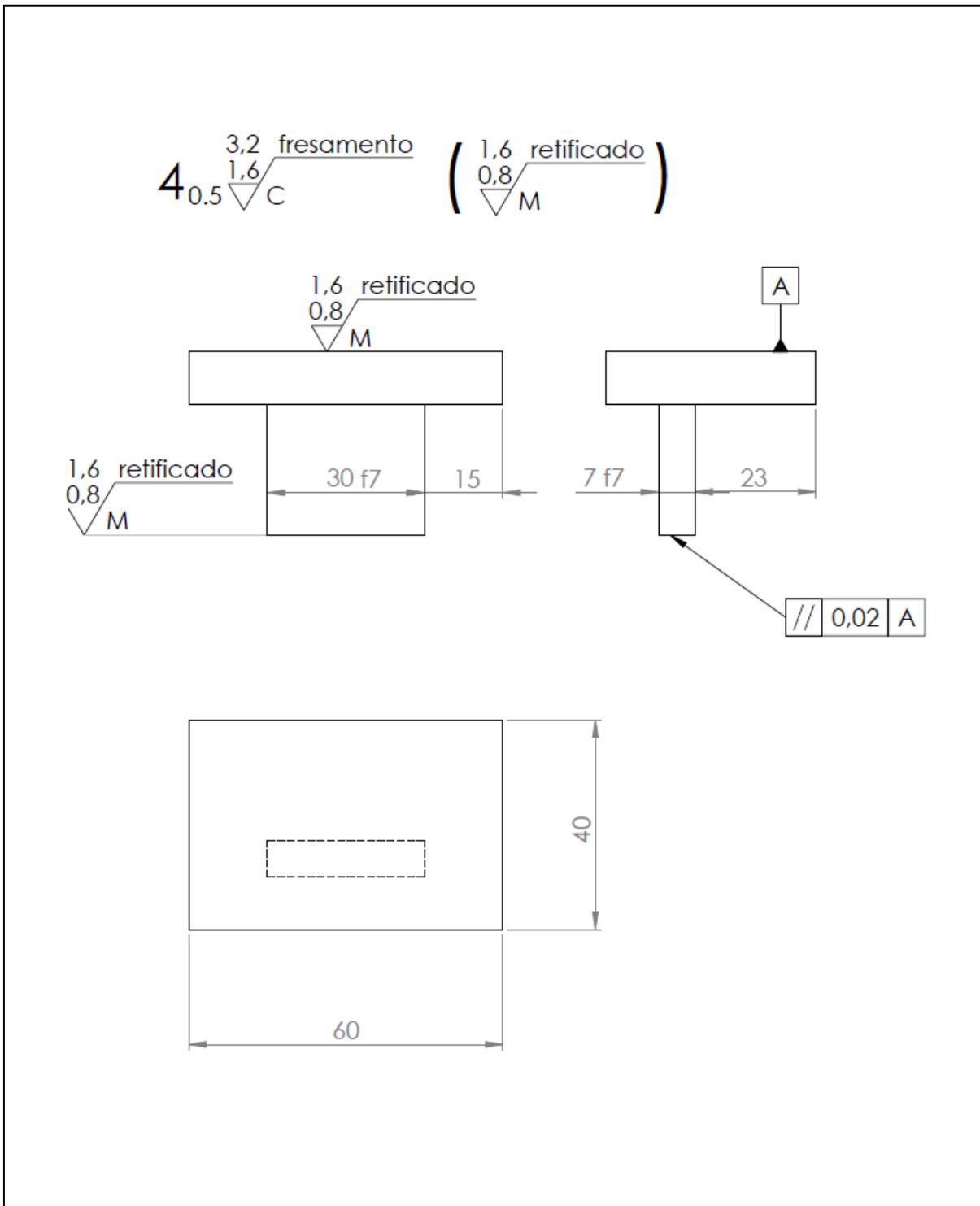
## APÊNDICE B – Desenho técnico do molde bipartido em aço 1045 temperado e retificado



Quantidade:	Nº peça:	Descrição:	
1 unidade	1	Tampa em Aço ABNT 1045 temperado e retificado	
1 unidade	2	Entalhe tipo "U" em Aço ABNT 1045 temperado e retificado	
1 unidade	3	Chaveta retangular Aço ABNT 1045 temperado e retificado	
1 unidade	4	Êmbolo para compactação de pó Aço ABNT 1045 temperado e retificado	
2 unidades	5	Parafuso com cabeça Allen em Aço Inoxidável M6 x 1mm	
		<b>Conjunto Montado Bipartido para prensagem Uniaxial</b>	
Desenhado:	LINS, R.S.	Data: 20/04/2018	Material: Aço ABNT 1045
Verificado:	NAVES, V.T.G.	Data: 04/05/2018	Tolerâncias não especificadas: ± 0,1mm
Aprovado:	DA LUZ, M.S.	Data: 18/05/2018	Escala: 1:1   Folha: 1 de 4   1º Diedro



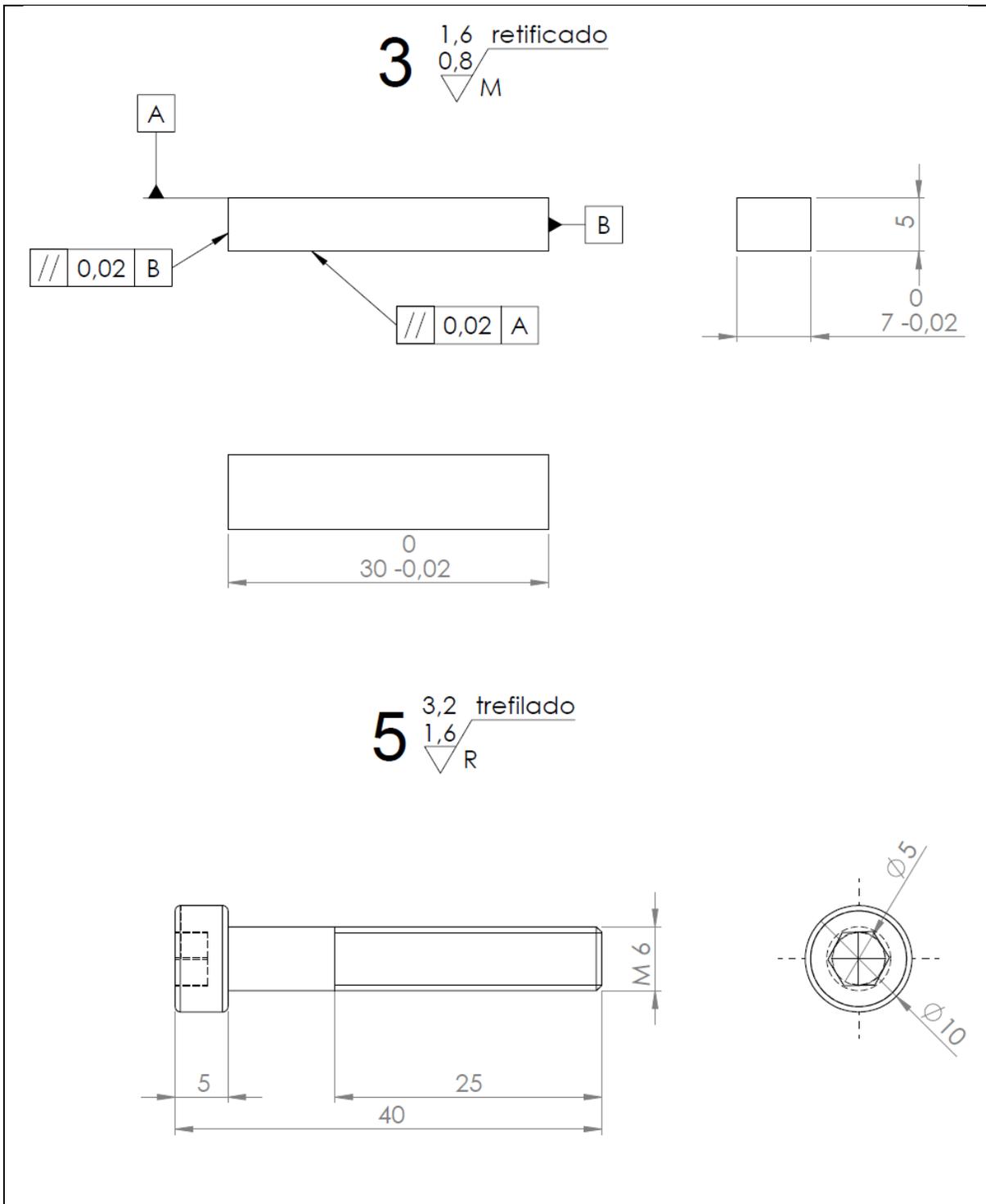




#### 4. Êmbolo para compactação de pó



Desenhado:	LINS, R.S.	Data:	20/04/2018	Material:	Aço ABNT 1045 - 65mmx45mmx30mm
Verificado:	NAVES, V.T.G.	Data:	04/05/2018	Tolerâncias não especificadas:	± 0,1mm
Aprovado:	DA LUZ, M.S.	Data:	18/05/2018	Escala:	1:1
				Folha:	1 de 4
					1º Diedro



**3. Chaveta retangular**  
**5. Parafuso com cabeça Allen em Aço Inoxidável M6 x 1mm**



Desenhado:	LINS, R.S.	Data:	20/04/2018	Material:	Aço ABNT 1045 - 35mmx10mmx10mm
Verificado:	NAVES, V.T.G.	Data:	04/05/2018	Material:	Aço Inoxidável - M6 x 1 - Comp.:25mm
Aprovado:	DA LUZ, M.S.	Data:	18/05/2018	Escala:	1:1
				Folha:	1 de 4
					1º Diedro

