

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E CIÊNCIA DE
MATERIAIS

ADRIANA E SILVA DA COSTA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS
 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ COM REFORÇO DE TiN PARA APLICAÇÃO EM FERRAMENTAS DE
CORTE

PONTA GROSSA
2025

ADRIANA E SILVA DA COSTA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS
 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ COM REFORÇO DE TiN PARA APLICAÇÃO EM FERRAMENTAS DE
CORTE

Tese apresentada como requisito parcial a obtenção do título de Doutora ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais (PPGECM), Área de Concentração de Desenvolvimento e Caracterização de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Adriana Scoton A. Chinelatto.

Coorientador: Prof. Dr.-Ing. Carlos Eiji Hirata Ventura.

PONTA GROSSA
2025

C837 Costa, Adriana e Silva da
Desenvolvimento e caracterização de compósitos cerâmicos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com reforço de TiN para aplicação em ferramentas de corte / Adriana e Silva da Costa. Ponta Grossa, 2025.
135 f.

Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência de Materiais - Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientadora: Profa. Dra. Adriana Chinelatto.

Coorientador: Prof. Dr. Carlos Ventura.

1. Compósitos cerâmicos avançados. 2. $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiN}$. 3. Ferramentas de corte cerâmicas. 4. Tenacidade à fratura e desgaste. 5. Usinagem a seco. I. Chinelatto, Adriana. II. Ventura, Carlos. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Desenvolvimento e Caracterização de Materiais. IV.T.

CDD: 666

ADRIANA E SILVA DA COSTA

DESENVOLVIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS CERÂMICOS
 $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ COM REFORÇO DE TiN PARA APLICAÇÃO EM FERRAMENTAS DE
CORTE

Tese apresentada para obtenção do título de Doutor em Engenharia e Ciência de Materiais, no programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciência de Materiais, da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Área de Concentração: Desenvolvimento e Caracterização de Materiais.

Ponta Grossa, 28 de agosto de 2025.

Documento assinado digitalmente
 ADRIANA SCOTON ANTONIO CHINELATTO
Data: 09/10/2025 16:39:43-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a Dr.^a Adriana Scoton Antonio Chinelatto – Orientadora
UEPG/ Ponta Grossa - PR

Documento assinado digitalmente
 ELIRIA MARIA DE JESUS AGNOLON PALLONE
Data: 10/10/2025 08:48:53-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof.^a Dr.^a Elíria Maria de Jesus Agnolon Pallone
FZEA - USP

Documento assinado digitalmente
 RAPHAEL EUCLIDES PRESTES SALEM
Data: 10/10/2025 11:24:12-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Raphael Euclides Prestes Salem
UTFPR/ Londrina - PR

Documento assinado digitalmente
 EVALDO TONIOLO KUBASKI
Data: 09/10/2025 16:57:27-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Evaldo Toniolo Kubaski
UEPG/ Ponta Grossa - PR

Documento assinado digitalmente
 FRANCISCO CARLOS SERBENA
Data: 10/10/2025 10:03:47-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Francisco Carlos Serbena
UEPG/ Ponta Grossa - PR

Dedico este trabalho aos meus pais, Lourival e Cléa, por todo amor, exemplo de vida e apoio incondicional ao longo da minha jornada. Ao meu marido Paulo, meu maior incentivador, cuja presença constante, companheirismo, paciência e apoio foram fundamentais em cada etapa desta caminhada. Às minhas filhas, Maria Eduarda e Manuela, meninas que me presenteiam todos os dias com um amor genuíno e uma admiração que me fortalece. Esta conquista também é de vocês.

AGRADECIMENTOS

À Deus, por me conceder saúde, força e fé inabalável nos dias escuros, nas noites longas, nas viagens cansativas e nos momentos em que pensei desistir, mas Ele apenas me mostrava o caminho do amadurecimento.

À minha família, alicerce da minha vida, que suportou comigo cada renúncia e vibra agora comigo por cada conquista.

Ao meu marido, Paulo Roberto, por ser meu porto seguro, meu incentivador incansável e o primeiro a acreditar no meu sonho.

Às minhas filhas, Maria Eduarda e Manuela Eloise, que desde pequenas compreenderam as minhas ausências e, com amor puro, deram sentido a cada esforço; essa vitória é de vocês.

Aos meus pais, Lourival e Cléa, por nunca duvidarem da minha capacidade, por estarem sempre ao meu lado e por serem minha origem e força.

A toda minha família, que com paciência e amor compreendeu minha ausência e me apoiou incondicionalmente durante essa jornada.

À minha orientadora, Professora Doutora Adriana Chinelatto, por ser muito além de uma orientadora — foi amiga, conselheira e exemplo; os cafés e conversas se tornaram preciosas lições de vida.

À Doutora Christiane Lago Ojaimi, amiga leal e incansável, que esteve presente nos momentos decisivos e me ajudou a seguir firme com sua generosidade e luz.

Ao Professor Doutor Adilson Chinelatto, pelos valiosos ensinamentos, parceria constante e inspiração acadêmica.

Ao Professor Dr.-Ing. Carlos Eiji Hirata Ventura, por sua orientação dedicada, amizade e contribuição essencial para a construção do meu conhecimento.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), pela estrutura oferecida e pelo acolhimento acadêmico que tornou esse sonho possível.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Ciências dos Materiais da UEPG, pelos anos de aprendizado, desafios e crescimento científico.

À Universidade Tecnológica Federal do Paraná (UTFPR) – Campus Guarapuava, por permitir, com generosidade, a conciliação dos meus horários de trabalho com os estudos de doutorado.

Aos colegas e servidores da UTFPR – Campus Ponta Grossa, por todo apoio e acolhimento durante as etapas da pesquisa.

Ao Professor Pericles Secco Cancian, por sua amizade, paciência, disponibilidade e apoio técnico durante os longos meses de testes de usinagem.

Ao Professor Doutor Anderson Pukasiewicz, pela amizade sincera e apoio em todas as atividades desenvolvidas, sempre com atenção e profissionalismo.

Ao Centro de Caracterização Multiusuário em Pesquisa e Desenvolvimento de Materiais (C2MMa/UTFPR), por todas as análises que tanto contribuíram para o desenvolvimento da pesquisa.

Ao técnico de laboratório Mestre Eriel Biagini Sabino, pela parceria, amizade e auxílio constante nas caracterizações e nas inúmeras sessões de MEV.

À minha amiga, Doutora Simone do Rocio Ferraz Sabino, por todas as contribuições e apoio científico — até mesmo nos feriados e com a pequena Sara ainda na barriga.

Ao C-LabMu (Laboratório Multiusuário de Caracterização), por sua estrutura completa e incansável dedicação nas etapas de análise dos materiais.

À técnica Vanessa Parose Chagury, pelas incontáveis horas dedicadas ao MEV e EDS, sempre com paciência e excelência.

Ao Doutor Silvio Henrique Gonsalves, por seu apoio técnico e expertise na utilização do tribômetro, essencial para os resultados desta pesquisa.

Ao Hudson André Batista dos Santos, pelas análises de DRX realizadas com dedicação e profissionalismo.

À Doutora Michelle Colman de Oliveira, pelas análises detalhadas e valiosas caracterizações realizadas com precisão.

A todos os técnicos e técnicas do C-LabMu, pela colaboração essencial para o desenvolvimento desta pesquisa — meu sincero muito obrigada.

À Professora Doutora Silvia Nascimento Rosa, por sua amizade, apoio emocional e ajuda silenciosa, mas imensurável, que só Deus sabe o quanto foi importante para que eu não desistisse.

Por fim, a todos que direta ou indiretamente contribuíram para a conclusão desta pesquisa;

A todos muito obrigada.

“Aprender com o ontem, viver o hoje, ter esperança no
amanhã. O importante é não parar de questionar.”
Albert Einstein

RESUMO

Os compósitos cerâmicos de alto desempenho têm sido objeto de frequentes estudos nas últimas décadas, visando à melhora das propriedades mecânicas e ao aumento da sua gama de aplicações em produtos tecnológicos. Este trabalho apresenta o desenvolvimento e estudo de compósitos formados por alumina (Al_2O_3), zircônia (ZrO_2) e diferentes quantidades de nitreto de titânio (TiN) — 1%, 3% e 5% em volume — com o objetivo de produzir ferramentas de corte para o processo de usinagem a seco. Essa técnica dispensa o uso de fluidos de corte, contribuindo para processos industriais mais sustentáveis. A escolha desses materiais se baseou na alta dureza e estabilidade da Al_2O_3 , na capacidade da ZrO_2 de aumentar a densificação e resistência à fratura e no TiN como reforço mecânico e redutor de desgaste. Os compósitos foram produzidos por sinterização convencional em duas temperaturas (1500°C e 1600°C) e caracterizados por técnicas como difração de raios X, microscopia eletrônica, análise química por EDS e ensaios mecânicos. Foram avaliadas propriedades como dureza, resistência à flexão, módulo de elasticidade, tenacidade à fratura, atrito e desgaste. Dentre as amostras, a composição com 5% de TiN (AZ5T) apresentou os melhores resultados: alta densificação, dureza de até 19,01 GPa e boa resistência à fratura e ao desgaste. Na fase final, as ferramentas experimentais produzidas com esses compósitos foram testadas no torneamento de ferro fundido nodular e cinzento, sem lubrificação. A ferramenta AZ5T sinterizada a 1600°C se destacou por manter a integridade do corte por mais tempo e causar menos desgaste, superando uma ferramenta cerâmica comercial usada como referência. Os resultados confirmam que o compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiN}$, especialmente com 5% de TiN, é uma solução promissora para ferramentas cerâmicas de alto desempenho, duráveis e ambientalmente mais adequadas para a indústria de usinagem. Esta pesquisa também amplia o conhecimento sobre o uso de materiais cerâmicos reforçados em condições severas de trabalho.

Palavras-chave: Compósitos cerâmicos avançados, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiN}$, Ferramentas de corte cerâmicas, Tenacidade à fratura e desgaste, Usinagem a seco.

ABSTRACT

High-performance ceramic composites have attracted increasing attention due to their enhanced mechanical properties and wide range of technological applications. In this study, alumina (Al_2O_3)–zirconia (ZrO_2)–based composites reinforced with different volume fractions (1%, 3%, and 5%) of titanium nitride (TiN) were developed for potential use in cutting tools for dry machining processes. The elimination of cutting fluids in such operations promotes more sustainable industrial practices. The selection of materials was based on the high hardness and chemical stability of Al_2O_3 , the toughening effect of ZrO_2 , and the mechanical reinforcement and wear resistance provided by TiN. The composites were fabricated by conventional sintering at 1500°C and 1600°C and characterized using X-ray diffraction (XRD), field emission scanning electron microscopy (FE-SEM), energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDS), and mechanical testing. Key properties such as Vickers hardness, flexural strength, elastic modulus, fracture toughness, coefficient of friction, and specific wear rate were evaluated. The composition with 5 vol% TiN (AZ5T) exhibited the best overall performance, with high densification, hardness of up to 19.01 GPa, and improved fracture and wear resistance. In the final stage, prototype cutting tools manufactured with the developed composites were tested in the dry turning of gray and nodular cast iron. The AZ5T tool sintered at 1600°C outperformed a commercial ceramic reference tool, demonstrating lower flank wear, improved edge stability, and superior surface finish. These findings confirm the potential of Al_2O_3 - ZrO_2 -TiN composites, particularly with 5% TiN, for high-performance, durable, and environmentally favorable ceramic cutting tools in demanding machining applications.

Keywords: Advanced ceramic composites; Al_2O_3 - ZrO_2 -TiN; Ceramic cutting tools; Fracture toughness; Dry machining; Wear resistance.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Estruturas cristalinas do óxido de zircônio (ZrO_2): A figura mostra as três principais fases do ZrO_2 : (a) cúbica; (b) tetragonal e (c) monoclinica..	26
Figura 2 – Diagrama de equilíbrio de fases no sistema Al_2O_3 - ZrO_2 .	28
Figura 3 – Classificação de elementos formadores de nitretos: intersticiais (A), covalentes (B), intermediários (C), iônicos (D) e nitretos voláteis (E).	31
Figura 4 – Estrutura cristalina do TiN, do tipo NaCl. As esferas verdes representam os íons Ti (maiores) e as esferas azuis representam os íons N (menores).	33
Figura 5 – Diagrama de fases de equilíbrio Ti-N (titânio-nitrogênio).	34
Figura 6 – Comparativo das propriedades dos principais materiais de ferramentas de corte.	38
Figura 7 – Micrografias SEM da estrutura da interface de materiais cerâmicos multicamadas AWT + AT.	44
Figura 8 – Esquema para preparação das composições cerâmicas AZ1T, AZ3T e AZ5T.	49
Figura 9 – Montagem do cadinho de alumina com banho de grafite em pó.	51
Figura 10 – Micrografia óptica da matriz 3×4 de indentações na cerâmica AZ-1600, obtidas com ponta Berkovich em nanoindentador instrumentado, usando o método QCSM.	53
Figura 11 – Curva de carga versus profundidade de penetração (carregamento-descarregamento).	54
Figura 12 – Perfil esquemático da indentação em corte transversal durante e após o teste.	55
Figura 13 – Esquema da indentação evidenciando a formação de fissuras.	56
Figura 14 – Desenho esquemático do ensaio de resistência à flexão B3B.	57
Figura 15 – Esquema do posicionamento das amostras (a) AZ1500 e (b) AZ5T1500 para realização do ensaio de flexão B3B.	58
Figura 16 – Tribômetro com configuração esfera-sobre-disco.	60
Figura 17 – Perfilometria óptica das trilhas gerada após o ensaio de desgaste da amostra teste, mostrando o perfil da trilha com R 2 mm e trilha com R 3,5 mm.	61
Figura 18 – Desenho esquemático da ferramenta cerâmica de corte.	62

Figura 19 – (a) Retificadora CNC e (b) rebolo tipo copo.	62
Figura 20 – (a) Preparação da aresta, (b) realização das medidas da aresta de corte e (c) microscópio Alicona Infinite Focus SL.....	63
Figura 21 – Ferramenta cerâmica de corte fabricada em laboratório, após processo de retificação e preparação de aresta.....	63
Figura 22 – Preparação dos corpos de prova de ferro fundido.	65
Figura 23 – Representação das regiões de desgaste de uma ferramenta de corte..	66
Figura 24 – Difração de raios X dos pós cerâmicos precursores: (a) TiN, (b) ZrO ₂ e (c) Al ₂ O ₃	68
Figura 25 – Difração de raios X dos pós cerâmicos de TiN particulado e da matriz AZ (Al ₂ O ₃ -ZrO ₂), comparando diferentes composições dos compósitos cerâmicos produzidos.	69
Figura 26 – Micrografia Al ₂ O ₃ e matriz AZ nas temperaturas de 1500°C e 1600°C. .	70
Figura 27 – Difração de raios X do TiN particulado e dos compósitos AZ, AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C.....	73
Figura 28 – Difração de raios X do TiN particulado e dos compósitos AZ, AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1600°C.....	73
Figura 29 – Imagens MEV/FEG das superfícies fraturadas da matriz AZ sinterizada a (a) 1500°C e (b) 1600°C.....	75
Figura 30 – Imagens de MEV/FEG das superfícies fraturadas dos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C e 1600°C.....	76
Figura 31 – Mapeamento por EDS do compósito AZ5T sinterizado a 1600°C, evidenciando a distribuição homogênea dos elementos Al, O, Zr, Ti e N na microestrutura.	78
Figura 32 – Mapeamento dos compósitos: (a) AZ1T, (b) AZ3T e (c) AZ5T, sinterizados 1600°C.	80
Figura 33 – Módulo de elasticidade (E) da matriz AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.....	80
Figura 34 – Dureza Vickers (Hv) da matriz cerâmica AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.....	83
Figura 35 – Tenacidade à fratura por indentação (KIC) da matriz AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.	86
Figura 36 – Resistência à flexão biaxial – B3B da matriz cerâmica AZ e do compósito AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.....	89

Figura 37 – Coeficiente de atrito da matriz cerâmica AZ, dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C, e da amostra comercial.....	91
Figura 38 – Curvas de coeficiente de atrito, onde (a) matriz cerâmica AZ, (b) compósito AZ1T, (c) compósito AZ3T e (d) compósito AZ5T, sinterizados a 1500°C.	94
Figura 39 – Curvas de coeficiente de atrito, onde (a) matriz AZ, (b) compósito AZ1T, (c) compósito AZ3T e (d) compósito AZ5T, sinterizados a 1600°C.....	96
Figura 40 – Curvas de coeficiente de atrito para os materiais analisados: (a) compósito AZ5T sinterizado a 1500°C, (b) compósito AZ5T sinterizado a 1600°C e (c) ferramenta de corte comercial.....	97
Figura 41 – Topografia da trilha de desgaste da ferramenta de corte comercial. (a) Mapa 2D, (b) representação 3D e (c) perfil transversal.....	98
Figura 42 – Topografia da pista de desgaste da amostra do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1500°C. (a) Mapa 2D da superfície evidenciando a trilha de desgaste, (b) representação tridimensional da topografia da superfície, e (c) perfil transversal da pista de desgaste.	100
Figura 43 – Topografia da pista de desgaste da amostra do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Mapa 2D da superfície evidenciando a trilha de desgaste, (b) representação tridimensional da topografia da superfície, e (c) perfil transversal da pista de desgaste.	102
Figura 44 – Imagens de MEV/FEG da trilha de desgaste do compósito AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Visão geral da trilha de desgaste. (b) e (c) Ampliações mostrando a transição entre áreas desgastadas e não desgastadas. (d) Superfície desgastada. (e) Detalhe da microestrutura.	104
Figura 45 – EDS da trilha de desgaste do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Micrografia de FEG da superfície desgastada. (b) Mapeamento elementar sobreposto à imagem de FEG. (c) e (d) Distribuição de elementos da esfera de WC–6%Co na trilha de desgaste. (e)–(h) Mapeamento da distribuição dos elementos presentes no compósito cerâmico AZ5T.....	107
Figura 46 – Micrografias MEV das ferramentas de corte antes da usinagem: (a) ferramenta de corte comercial; (b) compósito AZ5T sinterizado a 1500°C; (c) compósito AZ5T sinterizado a 1600°C.....	108

Figura 47 – Evolução do desgaste de flanco (VB) em função do tempo de usinagem das ferramentas cerâmicas comercial, AZ5T1500 e AZ5T1600 durante a usinagem de ferro fundido cinzento.	109
Figura 48 – Micrografias MEV das ferramentas de corte comercial depois da usinagem do ferro fundido cinzento.	111
Figura 49 – Micrografias MEV das ferramentas de corte AZ5T sinterizada a 1500°C depois da usinagem do ferro fundido cinzento.	112
Figura 50 – Micrografias MEV das ferramentas de corte AZ5T sinterizada a 1600°C depois da usinagem do ferro fundido cinzento.	112
Figura 51 – EDS da ferramenta de corte comercial após usinagem do ferro fundido cinzento.	114
Figura 52 – EDS da ferramenta de corte AZ5T1600 após usinagem do ferro fundido cinzento.	115
Figura 53 – Evolução da rugosidade média (Ra) das superfícies usinadas de ferro fundido cinzento em função do tempo de usinagem com ferramentas de corte comercial, AZ5T sinterizada a 1500°C e AZ5T sinterizada a 1600°C.	117

LISTA DE QUADROS

Quadro 1 – Classificação e usos das principais ferramentas de corte à base de alumina no mercado.....	40
Quadro 2 – Características mecânicas e durabilidade das ferramentas de corte em testes de usinagem de diversos materiais.	42

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades da Al_2O_3	24
Tabela 2 – Propriedades do TiN.....	31
Tabela 3 – Propriedades mecânicas mínimas estimadas para ferramentas de corte na usinagem de materiais ferrosos com dureza entre 45-65 HRC.....	37
Tabela 4 – Denominações das diferentes composições e temperaturas utilizadas no trabalho.	47
Tabela 5 – Comparação entre Al_2O_3 e matriz AZ sinterizadas a 1500°C e 1600°C. .	71
Tabela 6 – Densidade relativa dos compósitos sinterizados a 1500°C e 1600°C.	74
Tabela 7 – Tamanho médio de grão (μm) da Al_2O_3 na matriz AZ e nos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.	77
Tabela 8 – Porcentagem em peso para os compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1600°C.	79

LISTA DE SIGLAS

Al_2O_3	Óxido de alumínio/ alumina
AlN	Nitreto de alumínio
AlTiC	Carbeto de alumínio titânio
ASTM	Sociedade Americana para Testes e Materiais
CBN	Nitreto cúbico de boro
CNC	Comando numérico computadorizado
Co	Cobalto
COF	Coeficiente de atrito
d	Diâmetro
f	Avanço
MgO	Óxido de magnésio
NbC	Carbeto de nióbio
PCD	Diamante policristalino
PIB	Produto Interno Bruto
Ra	Rugosidade média aritmética
SiC	Carbeto de silício
TiB ₂	Diboreto de titânio
TiC	Carbeto de titânio
TiN	Nitreto de Titânio
TiO ₂	Óxido de titânio
Vc	Velocidade de corte
V_f	Velocidade de avanço
WC	Carbeto de tungstênio
WN	Nitreto de tungstênio
Y ₂ O ₃	Óxido de ítrio/ ítria
ZrO ₂	Óxido de zircônio/ zircônia
ZTA	Zirconia Toughened Alumina

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	18
1.1	OBJETIVOS	20
2	REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	21
2.1	COMPÓSITOS CERÂMICOS	21
2.2	ÓXIDO DE ALUMÍNIO – Al_2O_3 (ALUMINA)	22
2.3	ÓXIDO DE ZIRCÔNIO – ZrO_2 (ZIRCÔNIA)	25
2.4	COMPÓSITOS À BASE DE $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$	27
2.5	NITRETO DE TITÂNIO – TiN	30
2.5.1	Cinética de oxidação do TiN	35
2.6	FERRAMENTAS DE CORTE	36
2.7	FERRAMENTAS CERÂMICAS	38
3	MATERIAIS E MÉTODOS	46
3.1	MATERIAIS CERÂMICOS PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS	46
3.2	PREPARAÇÃO DA MATRIZ CERÂMICA AZ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$)	47
3.3	PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS CERÂMICOS COM REFORÇO PARTICULADO DE TiN	48
3.4	PRENSAGEM UNIAXIAL	49
3.5	SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL	50
3.6	CARACTERIZAÇÕES DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS	51
3.6.1	Difração de raios X (DRX)	51
3.6.2	Densidade aparente	51
3.6.3	Caracterização microestrutural	52
3.7	CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS	53
3.7.1	Módulo de elasticidade	53
3.7.2	Dureza e Tenacidade à fratura por indentação	55
3.7.3	Resistência à flexão biaxial - Esfera-sobre-três esferas (B3B)	57
3.7.4	Análise de desgaste	59
3.7.5	Perfilometria óptica	60
3.8	PREPARAÇÃO DAS FERRAMENTAS DE CORTE	61
3.9	TESTES DE TORNEAMENTO	63
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	67
4.1	DIFRAÇÃO DE RAIOS X DOS PÓS CERÂMICOS	67

4.2	ESCOLHA DA MATRIZ AZ PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS.....	69
4.3	DIFRAÇÃO DE RAIOS X DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS	72
4.4	DENSIDADE DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS	74
4.5	Análise Microestrutural e Composicional por FEG/EDS	75
4.6	PROPRIEDADES MECÂNICAS.....	80
4.6.1	Módulo de elasticidade (E)	80
4.6.2	Dureza Vickers (Hv).....	82
4.6.3	Tenacidade à fratura por indentação	85
4.6.4	Resistência à flexão biaxial – B3B.....	88
4.7	ANÁLISES DE DESGASTE E TOPOGRAFIA DAS TRILHAS	91
4.8	RESULTADOS DOS TESTES DE USINAGEM.....	107
4.8.1	Caracterização inicial das ferramentas de corte	107
4.8.2	Caracterização das ferramentas de corte após os testes de usinagem	108
4.8.3	Avaliação da rugosidade média (Ra) das superfícies usinadas	116
5	CONCLUSÃO	119
6	TRABALHOS FUTUROS	121
	REFERÊNCIAS	122

1 INTRODUÇÃO

O setor industrial desempenha um papel fundamental na economia global, sendo responsável por uma parcela significativa do Produto Interno Bruto (PIB) de vários países. No Brasil, a indústria representa aproximadamente 24,7% do PIB de acordo com o Portal da Indústria referente ao ano de 2024, demonstrando sua relevância para o desenvolvimento econômico e tecnológico. A evolução contínua da indústria é impulsionada pela necessidade de otimização dos processos produtivos, garantindo maior eficiência, qualidade e redução de custos. Nesse contexto, a usinagem se destaca como um dos principais processos de fabricação, sendo essencial para a transformação de matérias-primas em peças e componentes de alto valor agregado utilizados em diversos setores, como o automotivo, agrícola, aeroespacial e metal-mecânico.

A eficiência do processo de usinagem está relacionada ao desempenho das ferramentas de corte aplicadas ao processo, que precisam apresentar elevada resistência ao desgaste, estabilidade mecânica e química e durabilidade. Ferramentas de corte com propriedades superiores permitem aumentar o acabamento superficial das peças usinadas, reduzir os custos de produção e minimizar desperdícios de materiais. Como resposta a essas demandas, a indústria tem investido continuamente no desenvolvimento de novas ferramentas de corte baseadas em materiais avançados. Dentre as abordagens promissoras, destaca-se o uso de cerâmicas avançadas, que apresentam características superiores de dureza, resistência ao desgaste e estabilidade térmica e química, tornando-se alternativas atraentes para aplicações de alta exigência.

Os compósitos cerâmicos têm se mostrado uma solução eficiente para mitigar as limitações dos materiais cerâmicos convencionais, como a alumina (Al_2O_3). Apesar de apresentar elevada dureza, resistência à abrasão e inércia química, a Al_2O_3 possui fragilidade intrínseca, o que restringe seu uso em determinadas aplicações industriais. Para superar essa limitação, a adição de fases de reforço tem sido amplamente estudada. O óxido de zircônio (ZrO_2), o carbetto de silício (SiC), o carbetto de titânio (TiC), o carbetto de tungstênio (WC) e o nitreto de titânio (TiN) são alguns dos materiais utilizados para reforçar matrizes cerâmicas, melhorando significativamente a tenacidade à fratura, a resistência mecânica e a durabilidade.

Dentre esses materiais, o TiN se destaca como um reforço promissor para matrizes cerâmicas de Al_2O_3 . O TiN apresenta propriedades como alto ponto de fusão, elevada dureza, boa tenacidade à fratura e baixa reatividade química. Além disso, sua expansão térmica é similar à da alumina, o que reduz as tensões residuais geradas durante os ciclos térmicos, minimizando a propagação de trincas e aumentando a confiabilidade do material. Apesar dessas vantagens, o uso do TiN como reforço na matriz Al_2O_3 ainda é pouco explorado, havendo uma lacuna de conhecimento a ser preenchida.

A resposta ao desgaste dos materiais cerâmicos é influenciada por fatores intrínsecos e extrínsecos. Os fatores intrínsecos são características estruturais do material que afetam diretamente seu desempenho, como tamanho de grão, porosidade e propriedades mecânicas. Por outro lado, os fatores extrínsecos estão relacionados às condições de usinagem, incluindo ambiente, parâmetros de corte e volume de material removido. Variações nesses parâmetros podem impactar significativamente o comportamento da ferramenta de corte, tornando essencial a realização de estudos detalhados sobre essas interações.

Diante desse cenário, esta pesquisa tem como objetivo desenvolver e caracterizar compósitos cerâmicos baseados na matriz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ reforçada com TiN, visando sua aplicação em ferramentas de corte. O diferencial deste estudo está na avaliação do impacto da adição de pequenas quantidades de TiN (1, 3 e 5% em volume) sobre as propriedades mecânicas do compósito, tornando-o um material promissor para ferramentas de usinagem a seco.

A partir deste estudo, espera-se contribuir para o avanço do conhecimento na área de compósitos cerâmicos para usinagem, fornecendo dados experimentais relevantes sobre o impacto da adição de TiN na matriz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. Além disso, a pesquisa busca avaliar a viabilidade da ferramenta AZ5T (95% Al_2O_3 -5% ZrO_2 -5%TiN em volume) em comparação com uma ferramenta cerâmica comercial, considerando sua aplicação na usinagem de ferro fundido cinzento e nodular. Com isso, a tese não apenas amplia o entendimento sobre a interação entre matriz cerâmica e fase de reforço, mas também pode contribuir para o desenvolvimento de soluções mais eficientes e sustentáveis para a indústria metal-mecânica.

1.1 OBJETIVOS

Investigar de forma sistemática o efeito da adição de TiN na matriz cerâmica $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, correlacionando suas propriedades mecânicas ao desempenho em usinagem, com o intuito de validar o potencial desses compósitos como alternativa avançada e viável para a fabricação de ferramentas de corte aplicadas ao torneamento a seco.

Os objetivos específicos são:

- Produzir compósitos cerâmicos de matriz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ reforçados com TiN, em quantidades de 1, 3 e 5% em volume, utilizando o processo de sinterização convencional nas temperaturas de 1500 °C e 1600 °C.
- Caracterizar a densidade, microestrutura e fases cristalinas dos compósitos obtidos, relacionando as variações de composição e temperatura com a formação microestrutural.
- Avaliar as propriedades mecânicas e o comportamento em atrito e desgaste dos compósitos, com base na dureza *Vickers*, tenacidade à fratura por indentação e resistência ao desgaste.
- Analisar o desempenho da ferramenta cerâmica AZ5T no torneamento a seco de ferro fundido cinzento, comparando seus resultados com os de uma ferramenta cerâmica comercial, considerando o desgaste da aresta de corte.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 COMPÓSITOS CERÂMICOS

Com a constante evolução de novas tecnologias em diversas áreas de aplicação, a demanda por progresso contínuo na pesquisa e desenvolvimento de materiais inovadores, enriquecidos com propriedades intrínsecas aprimoradas, tem se intensificado. Esse impulso visa elevar a confiabilidade e eficiência dos materiais utilizados. Dessa forma, a pesquisa envolvendo compósitos cerâmicos tem se consolidado como um campo em constante expansão, impulsionado pela busca por soluções materiais inovadoras capazes de atender às exigências crescentes de desempenho, durabilidade e funcionalidade em diversas aplicações tecnológicas (Chiang; Birnie III; Kingery, 1997; Acchar et al, 2012; Callister; Rethwisch, 2020; Rashid et al, 2024).

Compósitos cerâmicos são estruturas polifásicas, onde uma é chamada de matriz, geralmente encontrada em maior quantidade, e a outra é uma fase dispersa na matriz, a qual exerce a função de reforço com o objetivo de aprimorar, alterar e modificar as propriedades intrínsecas conhecidas em relação ao material da matriz (Zhang et al, 2009; Acchar; Segadães, 2009; Acchar et al, 2012; Rashid et al, 2024).

As cerâmicas exibem propriedades intrínsecas de grande interesse para uma variedade de aplicações que requerem baixas densidades, alta refratariedade e estabilidade química. No entanto, a sua fragilidade é uma característica fundamental a ser considerada (Kern; Palmero, 2013; Carter; Norton, 2013; Shrivastava et al, 2024).

A fragilidade presente nos materiais cerâmicos origina-se da concentração de tensões nas proximidades de defeitos estruturais, como trincas, poros e fissuras. A ausência de deformação plástica é uma característica central, e essa particularidade restringe a aplicabilidade prática dos materiais cerâmicos em determinadas situações (De Aza; Chevalier; Fantozzi, 2002; Rashid et al, 2024).

Diversas pesquisas estão direcionadas ao melhoramento da fragilidade dos materiais cerâmicos, com o objetivo de proporcionar maior confiabilidade e resistência à propagação de trincas pelo material (De Aza; Chevalier; Fantozzi, 2002; Shrivastava et al, 2024).

O aprimoramento na tenacidade à fratura dos compósitos cerâmicos pode ser alcançado ao incorporar uma variedade de compostos que facilitam a dissipação

de energia proveniente de trincas presentes na microestrutura cerâmica. Esses compostos podem estar na forma de *whiskers*, plaquetas ou partículas, desempenhando o papel de reforços que modificam a trajetória da trinca e impedem o seu alargamento e deslocamento pela matriz (Aguilar-Elguézabal; Bocanegra-Bernal, 2013; Fang; Gão; Song, 2023; Shrivastava et al, 2024).

De acordo com o tipo de reforço inserido na matriz cerâmica, o tamanho das suas partículas e a quantidade, juntamente com as condições de processamento e sinterização, pode-se observar um significativo ganho na dureza, na tenacidade à fratura e/ou resistência à flexão do material. Muitas inclusões têm sido estudadas com bases em matrizes de Al_2O_3 e ZrO_2 , como TiC, SiC, WC, TiB_2 , TiN, AlN, (Ti,W)C e NbC (Acchar et al, 2012; Acchar; Silva; Cairo, 2010; Gonzáles et al, 2017; Cui et al, 2021; Wang et al, 2021; Wang et al, 2022; Baia et al, 2023; Kumar et al, 2023; Cao et al, 2024).

Outra alternativa é a introdução de materiais metálicos na matriz cerâmica, com a finalidade de criar compósitos que absorvem a energia associada à propagação da trinca (Wang; Nakamura, 2004; Muñoz et al, 2006; Bartolomé et al, 2008; Scherm et al, 2010; Zhang et al, 2022; Zhang et al, 2023; Jian et al, 2022).

Avanços significativos em relação à tenacidade à fratura também têm sido atingidos ao incorporar uma segunda fase de reforço na matriz, em conjunto com uma expansão volumétrica induzida pelo campo de tensões resultante da propagação de trincas. Esse processo pode aplicar uma força de fechamento sobre a trinca (Gonzáles et al, 2017; Baia et al, 2023; Kumar et al, 2023; Cao et al, 2024).

2.2 ÓXIDO DE ALUMÍNIO - Al_2O_3 (ALUMINA)

Um dos materiais cerâmicos largamente utilizados na fabricação de cerâmicas avançadas é a Al_2O_3 . A seleção deste composto cerâmico é primariamente influenciada pela análise custo/benefício. As características referentes à Al_2O_3 como a alta temperatura de fusão (2053 °C), dureza, resistência à abrasão e inércia química a fazem uma forte candidata ao desenvolvimento de produtos em diversas áreas da indústria cerâmica. Há vários estudos que comprovam que a influência das condições de processamento da Al_2O_3 , como temperaturas de sinterização, tempos de patamar e atmosfera de sinterização,

pureza do material, morfologia e tamanho de grãos, impactam consideravelmente na qualidade do material (Lide, 2004; Kumar; Durai; Sornakumar, 2006; Carter; Norton, 2013; Silva et al, 2014; Sktani et al, 2022).

A natureza isolante da Al_2O_3 , associada a uma condutividade térmica moderada e uma permeabilidade dielétrica reduzida, amplia sua aplicabilidade na fabricação de substratos eletrônicos destinados a circuitos integrados, bem como na construção de dispositivos de ignição automotiva (Silva et al, 2014; Carter; Norton, 2013).

A primeira manifestação concreta da aplicabilidade da Al_2O_3 remonta à sua utilização como material isolante em dispositivos de laboratório. Esta utilidade inicial abriu as portas para uma série de outras aplicações no âmbito da eletrônica e engenharia mecânica, sendo este progresso especialmente notável após o desfecho da Segunda Guerra Mundial. Esse marco histórico desencadeou uma fase de desenvolvimento acelerado, durante a qual a Al_2O_3 passou a desempenhar um papel importante como componente-chave em uma gama diversificada de aplicações tecnológicas (Grigoriev; Fedorov; Hamdy, 2019).

A Al_2O_3 exibe uma faixa de microdureza Vickers entre 14 e 18 GPa e apresenta uma limitação intrínseca à sua aplicação em ferramentas de corte, justificada pela sua tenacidade à fratura relativamente baixa. Esta característica confere à Al_2O_3 uma suscetibilidade à fratura quando sujeita às condições de choque térmico e esforço mecânico. Os valores de tenacidade à fratura da Al_2O_3 se situam aproximadamente entre 2 e 4 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, que é bem inferior ao observado em grande parte dos materiais metálicos. Os materiais metálicos, por sua vez, podem exibir valores de tenacidade à fratura que variam desde 15 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ até valores superiores a 150 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, ampliando assim a disparidade em relação à Al_2O_3 (Hotta; Goto, 2008; Carter; Norton, 2013; Silva et al, 2014; Gommeringer; Kern, 2020). A Tabela 1 apresenta dados referentes às propriedades da Al_2O_3 .

Tabela 1 – Propriedades da Al_2O_3 .

Propriedades	Faixa
Densidade relativa (g/cm^3)	3,99
Ponto de fusão ($^{\circ}\text{C}$)	2072
Microdureza Vickers (GPa)	14 – 18
Módulo de elasticidade (GPa)	350 – 400
Coefficiente de expansão térmica ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	8,90
Tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	2 – 4
Coefficiente de atrito (μ)	0,3 – 0,6

Fonte: Adaptado de Pierson (1996); Bhushan (2013) e Silva et al (2014).

A incorporação de elementos como ZrO_2 , SiC , TiC , CBN e TiN à matriz de Al_2O_3 representa um cenário promissor de compósitos em desenvolvimento. Esses compósitos cerâmicos têm se destacado pelo aprimoramento de características mecânicas, químicas e elétricas, impulsionado por uma variedade de mecanismos que incluem o desvio de trincas, a restrição do crescimento de grãos, o aumento da estabilidade térmica e a intensificação da resistência à oxidação (Gommeringer, Kern, 2020; Fang; Gão; Song, 2023).

Neste contexto, a alumina tem ocupado um lugar de destaque em pesquisas ao longo das últimas décadas, com ênfase na sua utilização como matriz em compósitos destinados a desempenhar o papel de ferramentas de corte, por exemplo. A utilização da Al_2O_3 no processo de usinagem de ferro fundido emerge como uma escolha viável, alinhada a critérios técnicos relevantes. Sua alta dureza, conjugada à baixa tendência de reatividade em relação ao ferro, ressalta sua pertinência nessa aplicação. Além disso, a disponibilidade abundante da Al_2O_3 como matéria-prima amplia sua atratividade, considerando as premissas da eficiência produtiva e do suprimento sustentável de materiais. Dessa forma, a Al_2O_3 se descreve como uma candidata promissora para a otimização dos processos de usinagem aplicados ao ferro fundido (Hotta; Goto, 2008; Cui et al, 2021; Rashid et al, 2024).

2.3 ÓXIDO DE ZIRCÔNIO - ZrO_2 (ZIRCÔNIA)

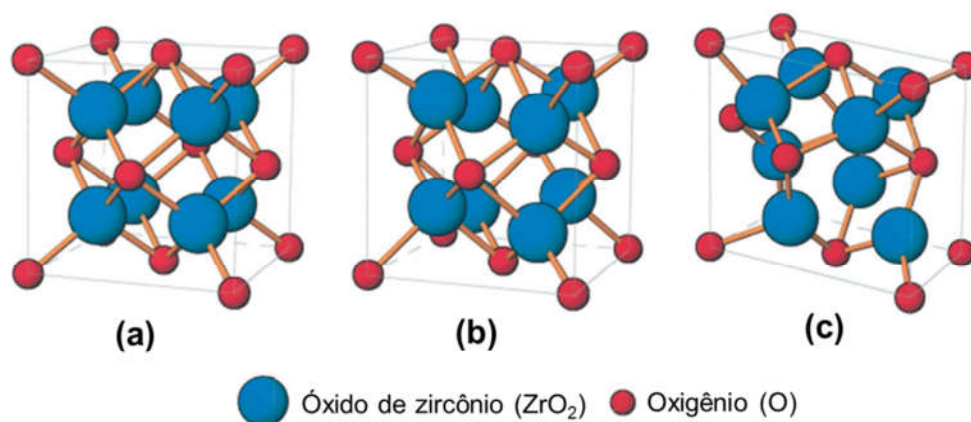
A zircônia, também conhecida como óxido de zircônio (ZrO_2), é um material cerâmico que exibe uma gama diversificada de propriedades. Estas incluem um alto ponto de fusão, atingindo aproximadamente 2700 °C, juntamente com uma ótima resistência à corrosão (Kingery, 1960; Callister; Rethwisch, 2020). Além disso, a zircônia (ZrO_2) se destaca por sua baixa condutividade térmica, em torno de 2 a 3 W/m·K, o que favorece seu uso em aplicações que exigem isolamento térmico. Do ponto de vista mecânico, apresenta propriedades relevantes, como elevada resistência, dureza variando entre 10 e 14 GPa, tenacidade à fratura entre 3,0 e 15,0 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, além de uma notável resistência ao choque térmico (Adachi; Kato; Chen, 1997; Carter; Norton, 2013).

Um índice de refração significativo se destaca como uma das características aprimoradas da ZrO_2 , o que a torna uma escolha promissora para aplicações ópticas e dispositivos que demandam um controle preciso da luz. Além disso, em temperaturas elevadas, a ZrO_2 apresenta condutividade iônica, (Callister; Rethwisch, 2020).

Devido às suas características particulares, a ZrO_2 tem sido objeto de pesquisas, estudos e aplicações diversificadas. Ela encontra aplicação em variados contextos, como cerâmicas estruturais, onde é empregada em componentes como palhetas de turbinas, ferramentas de corte e motores de combustão. Além disso, a ZrO_2 desempenha um papel importante como eletrólito sólido em dispositivos como sensores de oxigênio, células de combustível e bombas de oxigênio. (Sengupta; Bhattacharjee; Maiti, 2019; Gommeringer; Kern, 2020).

A ZrO_2 pura apresenta três estruturas cristalinas à pressão ambiente, que são: monoclinica – M (até 1170 °C), tetragonal – T (de 1170 °C até 2370 °C) e cúbica – C (de 2370 °C a 2680 °C) (Hannink; Kelly; Muddle, 2000; Sengupta; Bhattacharjee; Maiti, 2019). As estruturas estão representadas na Figura 1.

Figura 1 – Estruturas cristalinas do óxido de zircônio (ZrO_2): A figura mostra as três principais fases do ZrO_2 : (a) cúbica; (b) tetragonal e (c) monoclinica.



Fonte: Adaptado de Hannink; Kelly; Muddle (2000).

A ZrO_2 em sua forma pura, apesar de suas características intrínsecas, não apresenta viabilidade prática de utilização, em grande parte devido a um fenômeno crítico de variação volumétrica (ΔV) que chega a cerca de 4%. Esse comportamento está diretamente associado à transição da fase cristalina tetragonal para a monoclinica (fase T - M). Estudiosos como Ashby e seus colaboradores (2007) e os trabalhos de Picone e Maccauro (1999) esclarecem que tal transformação é de natureza martensítica, desencadeando, por sua vez, uma rápida ampliação nos parâmetros de rede que definem a célula unitária da estrutura tetragonal. Esse efeito ocorre no processo de resfriamento.

Esse aumento volumétrico expressivo na mudança de fase tetragonal para monoclinica limita a utilidade direta da ZrO_2 pura em aplicações práticas, uma vez que pode resultar em deformações indesejadas e instabilidades estruturais. No entanto, por meio da adição de dopantes, é possível reduzir ou mesmo explorar essa propriedade de expansão volumétrica para criar materiais cerâmicos funcionais com propriedades específicas (Piconi; Maccauro, 1999; Hannink; Kelly; Muddle, 2000).

A transformação martensítica, intrinsicamente presente em cerâmicas de ZrO_2 pura, desencadeia a formação de microtrincas circundantes às partículas transformadas, resultando na fragilização do corpo cerâmico sinterizado. A introdução de óxidos estabilizantes emerge como um requisito crucial para preservar a fase tetragonal do ZrO_2 . Essa fase, notoriamente conhecida por suas características tenazes e duras a temperatura ambiente, sustenta a utilidade do

material como cerâmica avançada, conforme afirmado por Hannink e colaboradores (2000) e citado por Piconi e Maccauro (1999).

A adição de elementos como óxido de ítrio ou ítria (Y_2O_3) à matriz de ZrO_2 inibe a transformação martensítica. Esse ajuste controlado da transformação martensítica através da incorporação de elementos estabilizantes possibilita uma melhoria significativa das propriedades mecânicas e termomecânicas do material, expandindo suas possibilidades de aplicação (Hannink; Kelly; Muddle, 2000).

2.4 COMPÓSITOS À BASE DE Al_2O_3 - ZrO_2

Como já comentado, a Al_2O_3 é um material cerâmico amplamente utilizado na engenharia por causa das suas propriedades térmicas e químicas. No entanto, quando se trata de ser usada como cerâmica estrutural, ela apresenta limitações devido à sua baixa tenacidade à fratura, o que restringe sua utilização como cerâmica estrutural sem a incorporação de algum material usado como reforço (Hotta; Goto, 2008; Carter; Norton, 2013; Silva et al, 2014; Kern; Lawitzki, 2022; Li et al, 2024). Uma estratégia adotada para melhorar a resistência mecânica e a tenacidade à fratura desse material cerâmico consiste na adição de uma segunda fase cristalina na matriz de Al_2O_3 , resultando na produção de um compósito cerâmico, como por exemplo, o Al_2O_3 - ZrO_2 .

Nas cerâmicas de Al_2O_3 - ZrO_2 , comumente referidas como ZTA (*Zirconia Toughened Alumina*), observa-se um melhoramento na tenacidade à fratura do compósito. Neste sistema, a Al_2O_3 atua como a matriz, enquanto a ZrO_2 desempenha o papel de fase dispersa que desencadeia melhorias nas propriedades mecânicas, principalmente na tenacidade à fratura (Zhu et al, 2023; Li et al, 2024; Zhão et al, 2025).

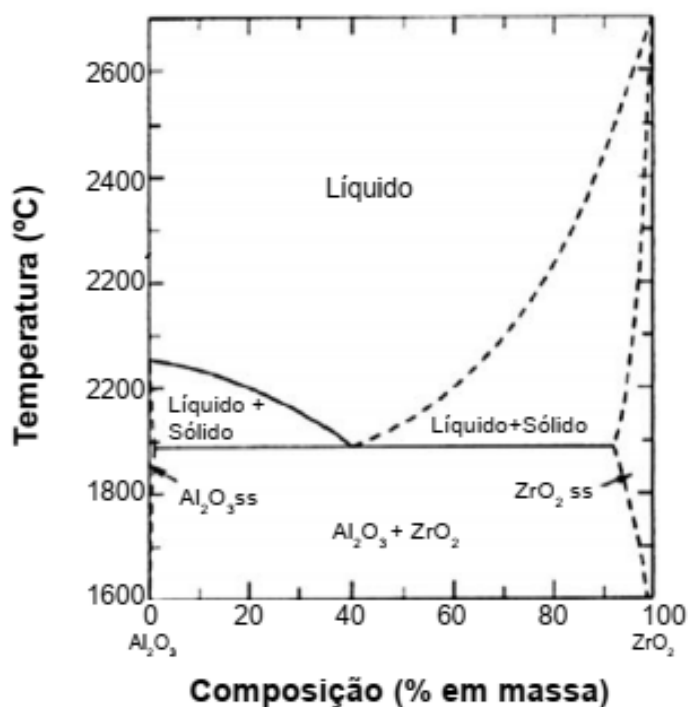
Apesar de ser um fato que os compósitos cerâmicos ZTA costumam ter um custo mais elevado em comparação com as cerâmicas de Al_2O_3 pura, essa diferença de preço é respaldada pela significativa extensão da vida útil e pelo desempenho mecânico superior dos componentes fabricados com ZTA. Esses aspectos foram relatados por Chen e colaboradores (2022).

A ZrO_2 apresenta uma restrição de solubilidade na Al_2O_3 . Conforme indicado no diagrama de equilíbrio de fases do sistema Al_2O_3 - ZrO_2 , ilustrado na Figura 2,

percebe-se uma pequena área em que a ZrO_2 é solúvel na Al_2O_3 , mas apenas em temperaturas elevadas, e com cerca de 1% em massa, acima de 1600°C . Nessa faixa de temperatura, ocorre a formação de uma solução sólida entre os dois materiais. Em contraste, para outras composições químicas, a interação resulta em uma simples mistura de Al_2O_3 e ZrO_2 (Chen et al, 2022; Zhu et al, 2023).

Adicionalmente, o diagrama também mostra a presença de um ponto eutético, que ocorre em uma concentração de aproximadamente 42,5% em massa de ZrO_2 a uma temperatura de 1910°C , com uma margem de erro de cerca de 20°C , conforme indicado por Fisher e colaboradores (1981). Esses dados são fundamentais para entender o comportamento térmico e as possibilidades de solidificação no sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, exercendo uma influência direta na produção de materiais cerâmicos com propriedades específicas.

Figura 2 – Diagrama de equilíbrio de fases no sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$.



Fonte: Adaptado de Silva et al (2014).

No intervalo de temperaturas entre 1050°C e 1900°C , o sistema exibe a coexistência de duas fases estruturais distintas: a fase t - ZrO_2 , que forma uma solução sólida com uma pequena quantidade de Al_2O_3 , e a fase α - Al_2O_3 , que, por

sua vez, estabelece uma solução sólida com uma quantidade limitada de ZrO_2 . Entretanto, à medida que a temperatura diminui abaixo de 1050°C torna-se evidente a falta de soluções sólidas terminais, indicando que, nessas temperaturas, os óxidos se tornam completamente insolúveis (Mangalaraja; Chandrasekhar; Manohar, 2003; Chen et al, 2022).

Dependendo da quantidade de Y_2O_3 incorporada ao sistema, a ZrO_2 se estabiliza em formas tetragonal ou cúbica, evidenciando dois pontos eutéticos no diagrama de fases ternário (Al_2O_3 - ZrO_2 - Y_2O_3). Quando 3 mol% de Y_2O_3 são adicionados, a ZrO_2 assume uma estrutura tetragonal, com um ponto eutético em 33 mol% de Al_2O_3 . Por outro lado, com a adição de 9 mol% de Y_2O_3 , a ZrO_2 adota uma estrutura cúbica, e há um ponto eutético em 35 mol% de Al_2O_3 . (Mangalaraja; Chandrasekhar; Manohar, 2003; Silva et al, 2014).

Entretanto, é importante ressaltar que essa resistência ao desgaste tende a diminuir à medida que a temperatura aumenta. Esse fenômeno é crucial para a compreensão das características desses compósitos cerâmicos e tem uma influência direta em sua aplicabilidade em diversas áreas (Zhu et al, 2023; Zhão et al, 2025).

Na composição eutética de 65,07 mol% de Al_2O_3 , com o restante sendo ZrO_2 (com aproximadamente 33,69 mol% de ZrO_2) e uma pequena quantidade de Y_2O_3 (~1,24 mol%), vale ressaltar que a tenacidade à fratura atinge seu valor máximo. No entanto, este aumento na tenacidade à fratura não é isento de consequências, pois está ligado a uma diminuição nos valores de outras propriedades mecânicas, particularmente a dureza superficial. (Miyoshi; Farmer; Saiyr, 2005)

Isso indica que tanto a composição quanto a microestrutura desempenham um papel crucial na definição das características dos materiais. Nesse contexto, a busca pelo equilíbrio ideal entre diferentes propriedades mecânicas, como tenacidade à fratura e dureza, representa um desafio significativo no design de materiais que atendam a requisitos específicos de aplicação. Assim, uma compreensão mais profunda das interações entre composição e microestrutura é essencial para avançar no desenvolvimento de materiais cerâmicos com desempenho otimizado em diversas aplicações (Miyoshi; Farmer; Saiyr, 2005, Meena; Karunakar, 2019).

A adição de pequenas quantidades de óxido de magnésio (MgO) na matriz cerâmica Al_2O_3 - ZrO_2 tem se mostrado uma boa estratégia para o controle do

crescimento de grão da alumina durante a sinterização. O MgO atua por meio do chamado efeito de *pining*, que limita a mobilidade das fronteiras de grão da Al_2O_3 , promovendo uma microestrutura mais refinada e homogênea. Essa ação é especialmente desejável, pois evita o crescimento anormal de grãos, o que poderia comprometer a densificação e as propriedades mecânicas do compósito (Sktani et al., 2022).

Estudos demonstram que a adição de MgO em concentrações de até 0,7% em peso resulta em aumento da densidade, redução da porosidade e elevação da dureza do material, devido à diminuição do tamanho médio dos grãos e à compactação da microestrutura. No entanto, acima desse limite, o excesso de MgO tende a reagir com a alumina, formando a fase espinélio (MgAl_2O_4), que apresenta menor dureza intrínseca e pode reduzir a tenacidade à fratura do compósito (Arab et al., 2019).

Portanto, a utilização controlada do MgO como aditivo sinterizante é essencial para otimizar o equilíbrio entre dureza e tenacidade em compósitos de matriz Al_2O_3 – ZrO_2 , favorecendo seu desempenho em aplicações que exigem resistência mecânica.

2.5 NITRETO DE TITÂNIO – TiN

Neste estudo, o TiN particulado foi selecionado para ser adicionado nos compósitos cerâmicos devido às suas características físicas e mecânicas vantajosas, conforme mostrado na Tabela 2, incluindo alta dureza (18-21 GPa), baixo coeficiente de atrito (0,25–0,5), elevado ponto de fusão ($\approx 2.950^\circ\text{C}$) e boa estabilidade química. Além disso, sua baixa reatividade em conjunto ao sistema Al_2O_3 – ZrO_2 foi considerada como uma vantagem significativa (Carvalho, 2001; Brushan, 2013; Gommerringer; Kern, 2020).

Tabela 2 – Propriedades do TiN.

Propriedades	Faixa
Densidade relativa (g/cm ³)	5,40
Ponto de fusão (°C)	2950
Microdureza (GPa)	18 – 21
Módulo de elasticidade (GPa)	251
Coefficiente de expansão térmica ($\times 10^{-6} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$)	9,35
Tenacidade à fratura (MPa.m ^{1/2})	5 – 7
Coefficiente de atrito (μ)	0,25 – 0,50

Fonte: Adaptado de Pierson (1996); Bhushan (2013) e Silva et al (2014).

Os nitretos, em geral, são compostos que resultam da combinação de nitrogênio com elementos que possuem eletronegatividade igual ou menor que a do nitrogênio, ou seja, elementos localizados à sua esquerda na tabela periódica. Esses nitretos podem ser categorizados em cinco grupos distintos: nitretos intersticiais, covalentes, intermetálicos, iônicos e voláteis, como ilustrado na Figura 3. Essa classificação se baseia na estrutura eletrônica e nas características das ligações químicas (Pierson, 1996).

Figura 3 – Classificação de elementos formadores de nitretos: intersticiais (A), covalentes (B), intermediários (C), iônicos (D) e nitretos voláteis (E).

Classificação dos Nitretos															
Grupo D												Grupo B			
Iônicos												Covalentes			
3 Li lithium (6.94, 6.94)	4 Be beryllium 9.012											5 B boron (10.81, 10.81)	14 Si silicon (28.08, 28.08)	15 P phosphorus 30.97	16 S sulfur (32.06, 32.06)
11 Na sodium 22.99	12 Mg magnesium (24.31, 24.31)	21 Sc scandium 44.96										31 Ga gallium 69.72			34 Se selenium (78.96, 78.96)
19 K potassium 39.10	20 Ca calcium 40.08	21 Sc scandium 44.96										49 In indium 114.8			52 Te tellurium (127.6, 127.6)
37 Rb rubidium 85.47	38 Sr strontium 87.62	39 Y yttrium 88.91										81 Tl thallium (204.38, 204.38)			84 Po polonium (209, 209)
55 Cs cesium 132.9	56 Ba barium 137.3	57 La lanthanum 138.9													85 At astatine (210, 210)
87 Fr francium 223	88 Ra radium 226	89 Ac actinium 227													
Grupo A				Grupo C								Grupo D			
Intersticiais				Intermediários								Iônicos			
22 Ti titanium 47.87	23 V vanadium 50.94	24 Cr chromium 51.99		25 Mn manganese 54.94	26 Fe iron 55.85	27 Co cobalt 58.93	28 Ni nickel 58.69	29 Cu copper 63.55	30 Zn zinc (65.38, 65.38)	31 Ga gallium 69.72	32 Ge germanium 72.64	33 As arsenic 74.92	34 Se selenium (78.96, 78.96)	35 Br bromine (79.90, 79.90)	36 Kr krypton (83.80, 83.80)
40 Zr zirconium 91.22	41 Nb niobium 92.91	42 Mo molybdenum (95.94, 95.94)		43 Tc technetium (98, 98)	44 Ru ruthenium (101.07, 101.07)	45 Rh rhodium (102.91, 102.91)	46 Pd palladium (106.37, 106.37)	47 Ag silver (107.87, 107.87)	48 Cd cadmium (112.41, 112.41)	49 In indium (114.82, 114.82)	50 Sn tin (118.71, 118.71)	51 Sb antimony (121.76, 121.76)	52 Te tellurium (127.6, 127.6)	53 I iodine (126.91, 126.91)	54 Xe xenon (131.29, 131.29)
72 Hf hafnium 178.5	73 Ta tantalum 180.9	74 W tungsten 183.84		75 Re rhenium (186.21, 186.21)	76 Os osmium (190.23, 190.23)	77 Ir iridium (192.22, 192.22)	78 Pt platinum (195.08, 195.08)	79 Au gold (196.97, 196.97)	80 Hg mercury (200.59, 200.59)	81 Tl thallium (204.38, 204.38)	82 Pb lead (207.2, 207.2)	83 Bi bismuth (208.98, 208.98)	84 Po polonium (209, 209)	85 At astatine (210, 210)	86 Rn radon (222, 222)

Fonte: Adaptação de Pierson (1996).

Os nitretos, em particular os intersticiais e covalentes, representam materiais de notável relevância tanto na indústria quanto no meio científico. Suas aplicações industriais não se limitam unicamente ao êxito já alcançado em ferramentas de corte,

mas também abrangem um amplo espectro de utilizações, incluindo circuitos eletrônicos, isolantes elétricos, semicondutores, entre outras. A versatilidade desses materiais é consequência de suas propriedades, que os tornam essenciais em uma variedade de aplicações tecnológicas (Carvalho, 2001).

O TiN é categorizado como um nitreto intersticial devido à sua estrutura. Nessa estrutura, o nitrogênio tem a capacidade de ocupar os interstícios entre os átomos de titânio na rede metálica, contanto que a razão entre os raios atômicos seja inferior a 0,59. Em outras palavras, o nitrogênio (com um raio atômico de aproximadamente 0,074 nm) pode ser acomodado nos espaços vazios da rede de titânio (com um raio atômico de cerca de 0,1467 nm) de forma eficaz, com uma razão entre raios atômicos de 0,504 (Carvalho, 2001).

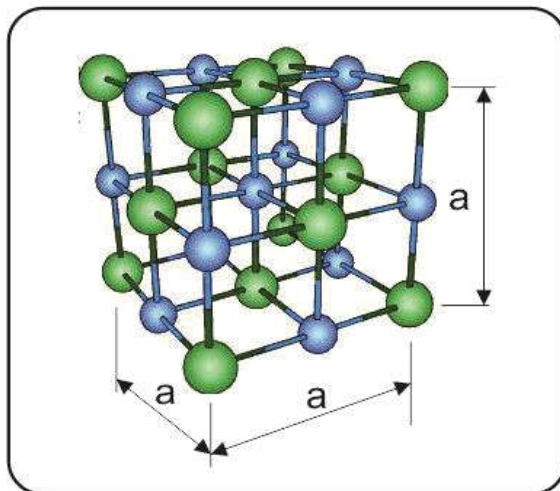
Essa característica estrutural é fundamental para as propriedades do TiN, permitindo a formação de uma rede cristalina que confere ao material propriedades, como alta dureza e resistência à corrosão. Essa compreensão detalhada da estrutura do TiN é de grande importância na pesquisa e desenvolvimento de materiais, pois ajuda a otimizar suas aplicações em diversas indústrias, incluindo a fabricação de revestimentos resistentes ao desgaste e componentes de alta performance (Carvalho, 2001).

Os nitretos intersticiais apresentam predominantemente ligações eletrônicas de caráter metálico, embora também possuam componentes covalentes e iônicos. Essa combinação confere a esses materiais propriedades, como alta condutividade elétrica e térmica, semelhantes às dos metais, além de elevado ponto de fusão, alta dureza e significativa inércia química (Carvalho, 2001; Pierson, 1996). Tais características evidenciam que esses compostos possuem uma estrutura mais complexa do que a de uma simples solução sólida de átomos de nitrogênio inseridos na rede cristalina de metais de transição (Carvalho, 2001).

Quanto às propriedades elétricas, é relevante destacar que os nitretos intersticiais são conhecidos por sua alta condutividade elétrica conforme observado por Aigner (1994). Esses materiais têm a capacidade de conduzir eletricidade eficientemente devido às características peculiares de sua estrutura.

Tomando o TiN como exemplo, observa-se que este material apresenta um padrão estrutural cúbico, como ilustrado na Figura 4, conforme indicado por Carvalho (2001).

Figura 4 – Estrutura cristalina do TiN, do tipo NaCl. As esferas verdes representam os íons Ti (maiores) e as esferas azuis representam os íons N (menores).



Fonte: Adaptado de Carvalho (2001).

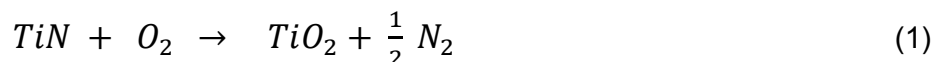
Observando o diagrama de fases do TiN, mostrado na Figura 5, é possível observar que, a temperaturas inferiores a 880 °C, o titânio forma uma estrutura hexagonal compacta, denominada α - Ti. Para temperaturas superiores, desenvolve-se uma estrutura cúbica de corpo centrado (CCC), denominada β - Ti. Foi relatado que, para baixas concentrações de nitrogênio, a fase α - Ti pode incorporar entre 2 a 26 % de nitrogênio a temperaturas elevadas, enquanto que a fase β - Ti apenas incorpora cerca de 1 % de nitrogênio, a 1000 °C.

Na fase α - Ti, o nitrogênio ocupa as posições intersticiais octaédricas, podendo acomodar aproximadamente 15% de nitrogênio em sua estrutura, à temperatura de 500 °C. Para temperaturas e concentrações mais elevadas, todos os interstícios tendem a estar ocupados. A fase γ - Ti_2N existe apenas num domínio muito estreito de composições de nitrogênio com aproximadamente 33%, sendo a célula unitária do tipo tetragonal (Mnatsakanyan et al, 1986; Aigner, 1994). A fase δ - TiN_{1-x} ($0 \leq x \leq 0,62$), com estrutura cúbica de faces centradas, existe num domínio extenso de mistura, onde o nitrogênio pode apresentar uma percentagem atômica que varia entre 28% e 50% (Okamoto, 2013).

2.5.1 Cinética de oxidação do TiN

Apesar de o TiN ser considerado termodinamicamente estável, ele manifesta uma tendência à oxidação quando entra em contato com o oxigênio. Isso resulta na formação de uma camada de óxido que se desenvolve na superfície do material.

Essa reação de oxidação ocorre devido à afinidade do titânio pelo oxigênio, levando à formação de óxidos de titânio, como o dióxido de titânio (TiO₂). A camada de óxido que se forma na superfície atua como uma barreira protetora, isolando o nitreto subjacente do ambiente externo e impedindo a progressão da oxidação. No entanto, é importante ter em mente que essa camada de óxido também pode impactar nas propriedades e no desempenho do material em aplicações específicas. Portanto, a compreensão dessa reação de oxidação é crucial para controlar e aperfeiçoar o uso do nitreto de titânio (TiN) em diversas aplicações industriais e tecnológicas. Essa reação é dada pela Equação 1:



é termodinamicamente favorável e tem um valor de $\Delta G^\circ = -139$ kcal/ mol (VAZQUEZ, 2014).

O processo de oxidação do TiN ao ar ocorre em três estágios (Mnatsakanyan et al, 1986; Esaka et al., 1997; Komratov, 1997; Murano; Funabiki; Sekiya, 2022). Inicialmente, o oxigênio difunde-se pela estrutura do TiN resultando na substituição de N por O, levando à formação de um oxinitreto de titânio. No segundo estágio uma camada protetora de TiO₂ (anatase) é formada sobre a camada de oxinitreto, que é regida pelas taxas de difusão do titânio ou do oxigênio através da camada de óxido (Mnatsakanyan et al, 1986; Esaka et al., 1997; Murano; Funabiki; Sekiya, 2022). No último estágio ocorre uma lenta oxidação do TiN residual revestido com TiO₂. A maior parte do nitrogênio é liberada de posições intersticiais de camadas de óxido da superfície como nitrogênio molecular, (Esaka et al., 1997).

Resultados experimentais da oxidação do nitreto de titânio em pó por ensaios termogravimétricos mostraram que a taxa de oxidação foi afetada pela taxa de aquecimento e pressão parcial de oxigênio. Ao ar a oxidação inicia-se em aproximadamente 530°C, formando a fase anatase do TiO₂ (Braun; Baidins;

Marganski, 1992). A taxa de oxidação fica mais acentuada acima de 727°C. O anatase transforma-se irreversivelmente na fase rutilo do TiO_2 a aproximadamente 600°C (Ghosh; Dhabal; Datta, 2003; Hirano et al., 2003). No entanto, as temperaturas de transição reportadas variam num intervalo de 400°C a 1200°C. A oxidação do nitreto de titânio é completada em aproximadamente 1100°C (Hou; Hu; Chou, 2011; Murano; Funabiki; Sekiya, 2022).

2.6 FERRAMENTAS DE CORTE

Processos de usinagem de materiais, em questão para esta pesquisa os materiais metálicos, são uma das etapas fundamentais na fabricação de uma grande variedade de peças e componentes que movimentam o setor metal mecânico. O termo “usinagem” abrange todos os processos de fabricação que envolvem a remoção de material na forma de “cavaco”, resultado da interação entre uma ferramenta de corte e a peça a ser usinada. Os processos de usinagem abrangem diversas operações, incluindo o torneamento, o fresamento, a furação, entre outras (Ferraresi, 1970; Byrne; Dornfeld; Denkena, 2003).

No processo de torneamento, a peça gira em torno de seu próprio eixo, enquanto a ferramenta de corte se move em linha reta, realizando cortes precisos e bem definidos. Essa técnica é comumente empregada na fabricação de peças com simetria de revolução. O torneamento é uma prática que tem sido utilizada com sucesso por séculos, desempenhando um papel vital na produção de peças em diversos materiais, incluindo madeira, cerâmica e metais (Byrne; Dornfeld; Denkena, 2003).

À medida que as peças e os materiais se tornaram mais complexos, as operações de fabricação por usinagem passaram a demandar máquinas e ferramentas com requisitos crescentes de sofisticação. Cada processo de usinagem requer ferramentas com características específicas, como o exemplo mostrado na Tabela 3, indicado para aços e ferros fundidos de elevada dureza.

Tabela 3 – Propriedades mecânicas mínimas estimadas para ferramentas de corte na usinagem de materiais ferrosos com dureza entre 45-65 HRC.

Processo de usinagem	Dureza(GPa)	Tenacidade à fratura (MPa.m^{1/2})	Resistência a flexão(GPa)
Torneamento	>14,5	>4	>1
Furação	>14,5	>8	>1,5
Abertura de rosca	>14,5	>15	>1,5

Fonte: Adaptado de Van Der Biest; Vleugels (2002).

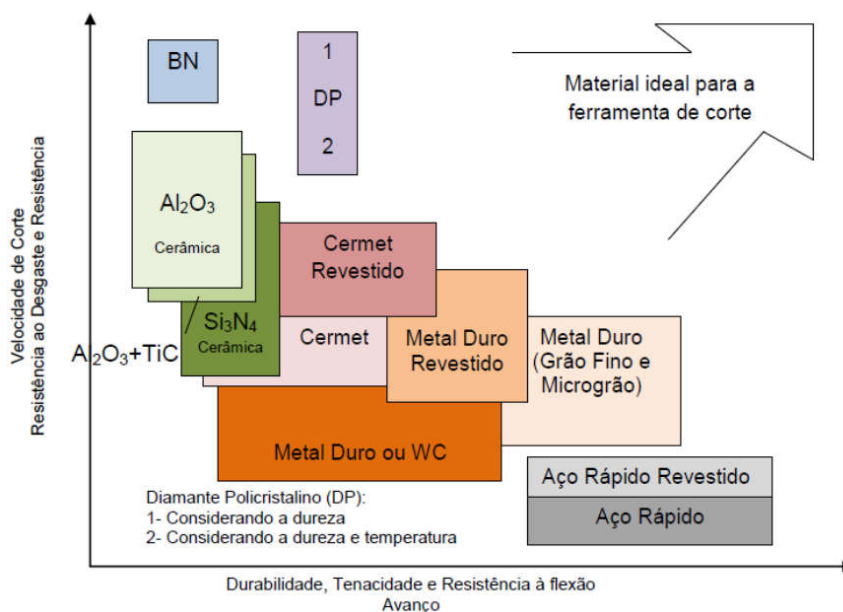
Usualmente materiais empregados na fabricação de ferramentas de corte devem atender a critérios mais exigentes do que a maioria dos materiais usados na engenharia. Isso se deve ao fato de que tais materiais não apenas precisam exibir propriedades mecânicas à temperatura ambiente, mas também apresentar um desempenho confiável sob condições de temperaturas elevadas (Byrne; Dornfeld; Denkena, 2003; Whitney, 1994). Diversas propriedades são importantes para a eficácia de uma ferramenta de corte, entre elas destacam-se: elevada dureza a altas temperaturas, alta tenacidade à fratura, resistência à compressão, capacidade de resistir ao desgaste, durabilidade contra a oxidação e estabilidade química em ambientes de elevada temperatura (Carter; Norton, 2013).

Apesar da necessidade imprescindível dessas características atuarem em conjunto, não se encontra um material único que simultaneamente incorpore todas as propriedades essenciais para aplicação em uma ferramenta de corte, particularmente a elevada dureza e a alta tenacidade. Essas propriedades são mutuamente excludentes em diversos materiais. Portanto, a seleção de ferramentas de corte deve ser feita considerando cuidadosamente o processo de usinagem, as exigências de acabamento na peça e o material a ser usinado (Machado et al. 2015).

Atualmente, o mercado oferece uma ampla variedade de opções em ferramentas de corte, apresentando diferentes propriedades, dimensões, geometrias, tipos de material e a presença ou ausência de revestimentos. Entre os materiais disponíveis comercialmente para a fabricação de ferramentas de corte, destacam-se o aço ferramenta, o aço rápido, o metal duro, as cerâmicas, o nitreto de boro cúbico cristalino (CBN) e o diamante policristalino (PCD) como as alternativas mais comuns (Diniz et al, 2014, Irshad et al, 2017; Rizzo et al, 2020; Cui, 2024).

Ao analisar a Figura 6, pode-se observar a correlação entre diversas características dos materiais utilizados para fabricação de ferramentas de corte, como tenacidade à fratura, resistência ao desgaste e propriedades mecânicas em altas temperaturas, em relação aos parâmetros de usinagem, incluindo avanço (f) e velocidade de corte (V_c). Os dados destacam as variações significativas entre diferentes tipos de materiais para as ferramentas de corte e as configurações de corte, proporcionando uma clara sugestão de que ferramentas cerâmicas podem ser mais vantajosas em operações de usinagem de alta velocidade (Ferraresi, 1970; Klocke, 2011; Machado et al. 2015; Grigoriev; Fedorov; Hamdy, 2019).

Figura 6 – Comparativo das propriedades dos principais materiais de ferramentas de corte.



Fonte: Adaptado de Klocke (2011); Grigoriev; Fedorov; Hamdy (2019).

2.7 FERRAMENTAS CERÂMICAS

A produção de ferramentas de corte usando materiais cerâmicos foi originada na Alemanha no início do século XX. No entanto, somente a partir da década de 1950 tornou-se viável sua aplicação em larga escala no mercado comercial (Whitney, 1994). O uso de materiais cerâmicos tem apresentado um crescimento constante em pesquisas, impulsionado não apenas pelo surgimento de novas tecnologias que possibilitam a fabricação de materiais de alto desempenho,

mas também devido ao aprimoramento da tecnologia das máquinas-ferramenta. Esse avanço tem permitido o aumento da velocidade de corte e a redução das vibrações durante o processo de usinagem (Van Der Biest; Vleugels, 2002; Whitney, 1994).

As ferramentas de corte cerâmicas disponíveis comercialmente podem ser agrupadas em duas categorias principais: aquelas à base de óxidos, predominantemente compostas por Al_2O_3 , e aquelas à base de nitretos, destacando-se o Si_3N_4 como o material mais amplamente empregado (Carter; Norton, 2013; He et al., 2023).

Dentre os materiais cerâmicos que encontram aplicação em setores que exigem propriedades estruturais excepcionais e alta resistência ao desgaste, merecem destaque as cerâmicas à base de Al_2O_3 . Isso se deve ao conjunto de propriedades da Al_2O_3 , tornando-a um dos materiais cerâmicos de maior relevância tanto no contexto científico quanto tecnológico. Desde sua descoberta no século XVIII até os dias atuais, o interesse na pesquisa e aplicação da alumina tem mantido uma trajetória contínua de desenvolvimento (Whitney, 1994; Like et al, 2007; Gonzáles et al, 2017; Baia et al, 2023; Kumar et al, 2023; Cão et al, 2024).

No contexto das ferramentas de corte cerâmicas à base de Al_2O_3 , é fundamental estabelecer uma distinção entre os diferentes tipos de ferramentas e as aplicações mais apropriadas para usinagem. Esse discernimento se baseia no contínuo avanço no estudo das composições, processos de fabricação e revestimentos, que têm ampliado consideravelmente o mercado das ferramentas cerâmicas. Atualmente, tem-se uma ampla variedade de opções de ferramentas disponíveis, cada uma otimizada para atender a demandas específicas.

O desenvolvimento de diversas composições de ferramentas de corte à base de alumina é um exemplo desse avanço. Essas composições incluem, mas não se limitam a: $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiC}$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CeO}_2$, e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-NbC}$ (XU et al, 2009; Zhão; Yuan; Zhang, 2010; Jianxin et al, 2010). Cada uma dessas formulações incorpora aditivos que conferem propriedades mecânicas aprimoradas, como maior dureza, tenacidade à fratura e resistência mecânica, em comparação com a alumina pura. Esse aprimoramento substancial no desempenho das ferramentas de corte tem permitido uma usinagem mais eficaz e eficiente em uma variedade de cenários industriais, destacando a importância da pesquisa e inovação contínuas na área de cerâmicas de Al_2O_3 (Like et al, 2007; Berger; Scheerer; Ellermeier, 2010).

As ferramentas cerâmicas têm seu principal campo de aplicação no desbaste e acabamento de materiais, como ferros fundidos, aços endurecidos e ligas de níquel resistente ao calor. Essas ferramentas são frequentemente empregadas em operações de corte contínuo e usinagem a seco, de modo a evitar o desgaste prematuro do gume de corte e choques térmicos. Essas condições de torneamento a seco e usinagem em altas velocidades geram temperaturas extremamente elevadas, podendo exceder os 1000°C. Esse desempenho em temperaturas elevadas é uma característica crítica das ferramentas cerâmicas, tornando-as a escolha preferencial em aplicações onde o calor e a resistência ao desgaste são fatores determinantes para o sucesso da usinagem (Whitney, 1994; Berger; Scheerer; Ellermeier, 2010).

O Quadro 1 apresenta uma lista das principais ferramentas de alumina disponíveis no mercado atual, juntamente com as principais aplicações recomendadas com base em uma revisão abrangente da literatura.

Quadro 1 – Classificação e usos das principais ferramentas de corte à base de alumina no mercado.

(continua)

Material da Ferramenta	Principais propriedades	Aplicação
Al_2O_3	Estabilidade química a quente e elevada dureza	Torneamento a seco de ferro fundido
$\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$	Boa tenacidade, maior resistência a variações térmicas	Acabamento de aços de baixa e média liga, aços temperados e ferros fundidos.
$\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{TiC}$ (30 a 40% em vol) e $\text{Al}_2\text{O}_3 / \text{TiCN}$ (30 a 40% em vol)	Maior dureza, tenacidade à fratura, resistência à flexão e melhor condutividade térmica do que a alumina sem aditivos	Aços temperados, ferros fundidos e materiais difíceis de usinar, materiais de dureza até 65 HRC

Quadro 1 – Classificação e usos das principais ferramentas de corte à base de alumina no mercado.
(conclusão)

Al_2O_3 / SiCw (5 a 25% em vol)	Maior tenacidade à fratura do que as amostras com partículas de TiC. Melhor condutividade térmica comparada à alumina sem aditivos	Ideal para a usinagem de ligas de Ni, e corte com uso de fluido lubrificante.
Si_3N_4	Maior resistência mecânica e tenacidade à fratura quando comparadas à alumina. Baixo coeficiente de expansão térmica e maior resistência ao choque térmico. Menor resistência ao desgaste e estabilidade química comparado à alumina	Usinagem de acabamento e usinagem de alta velocidade de ligas aeronáuticas à base de Ni

Fonte: Adaptado de Guia Sandvik (2024).

No Quadro 2, são apresentados os resultados de desempenho das ferramentas de corte comerciais durante a usinagem de diversos materiais de relevância tecnológica. Esses resultados destacam parâmetros importantes, como a dureza Vickers (HV) e a tenacidade à fratura (K_{IC}) das ferramentas. O critério estabelecido para determinar o fim da vida útil das ferramentas é quando o desgaste médio do flanco (VB) atinge ou excede 0,3 mm. Essa abordagem fornece uma visão abrangente do desempenho das ferramentas em diferentes condições de usinagem e ajuda a avaliar sua eficácia em relação a materiais específicos (Masuda et al, 1994; ABNT NBR ISO 3685, 2017).

Quadro 2 – Características mecânicas e durabilidade das ferramentas de corte em testes de usinagem de diversos materiais.

Material da ferramenta	Dureza e Tenacidade da ferramenta	Material usinado no teste	Parâmetros de Usinagem	Tempo de vida útil (minutos)
Al ₂ O ₃ - TiC (30 vol%)	HV: 18,6 GPa KIC: 4,3 MPa.m ^{1/2}	Aço rápido AISI T15 (540 HV)	Vc= 200m/min f= 0,05 mm/rev ap= 0,15 mm	10,0
Al ₂ O ₃ - TiCN (23 vol. %)	HV: 19 GPa KIC: 4,5 MPa.m ^{1/2}	Aço endurecido AISI 52100 (54 HRC)	Vc= 200m/min f= 0,11 mm/rev ap= 0,5 mm	1,73
Si ₃ N ₄	HV: 15,2 GPa KIC: 10 MPa.m ^{1/2}	Aço AISI 1040 (182 HBN)	Vc= 330m/min f= 0,28 mm/rev ap= 2,0 mm	0,22
Al ₂ O ₃ - ZrO ₂ (20 vol. %)	HV: 17,0 GPa KIC: 4,0 MPa.m ^{1/2}			17,0
Al ₂ O ₃ - SiCw (30 vol. %)	HV: 19,5 GPa KIC: 8,5 MPa.m ^{1/2}			6,7
Al ₂ O ₃ - SiCw (20 vol. %)	HV: 20 GPa KIC: 8,0 MPa.m ^{1/2}	Aço inoxidável 410 (60 HRC)	Vc= 270m/min f= 0,12 mm/rev ap= 0,5 mm	10,0
Al ₂ O ₃ -ZrO ₂ (5 wt. %)	HV: 18 GPa KIC: 4,0 MPa.m ^{1/2}	Ferro fundido cinzento (294 HV)	Vc= 150m/min f= 0,10 mm/rev ap= 1,0 mm	13,0
Al ₂ O ₃ - TiC (30 wt%)	HV: 20 GPa KIC: 4,5 MPa.m ^{1/2}			15,0

Fonte: Adaptado de Masuda et al (1994); El Hakim et al (2011); Aslantas; Ucin; Cicek (2012); Lo Casto et al (1993); Kumar; Durai; Sornakumar (2006).

Nos últimos anos, tem havido um aumento na pesquisa de materiais cerâmicos para aplicações em ferramentas de corte, com um destaque significativo para o período da década de 1980. Nesse período, houve um progresso substancial, não apenas no desenvolvimento de novas composições, mas também na exploração das propriedades de compósitos de matriz cerâmica.

Na última década, foram exploradas várias abordagens para aprimorar as ferramentas cerâmicas à base de alumina. Isso inclui o desenvolvimento de nanocompósitos, compósitos com múltiplas fases, ferramentas de corte em camadas e novas combinações de materiais particulados. Um destaque tem sido a aplicação de nanocompósitos como materiais para ferramentas de corte. Esses nanocompósitos têm sido amplamente estudados devido às propriedades que podem ser alcançadas com pequenas adições de reforço (He et al, 2022).

Um exemplo é o estudo envolvendo a adição de ZrO_2 nanométrica à alumina, o que resultou em um bom desempenho na resistência mecânica da matriz cerâmica (Kern; Palmero, 2013). Isso ocorre devido aos mecanismos de tenacificação resultantes da transformação de fase da ZrO_2 , conferindo a essas ferramentas maior resistência ao desgaste. A pesquisa contínua nessa área tem levado a avanços significativos na eficácia das ferramentas cerâmicas de corte, abrindo portas para aplicações mais desafiadoras e exigentes na usinagem de materiais.

Os compósitos de múltiplas fases têm se revelado uma técnica promissora para a produção de materiais compostos, uma vez que possibilitam o aprimoramento simultâneo da tenacidade à fratura e da resistência à flexão. Esse enfoque é considerado uma alternativa economicamente mais viável e segura em comparação ao uso de reforços com fibras curtas, também conhecidas como “*whiskers*” (Xu et al, 2009).

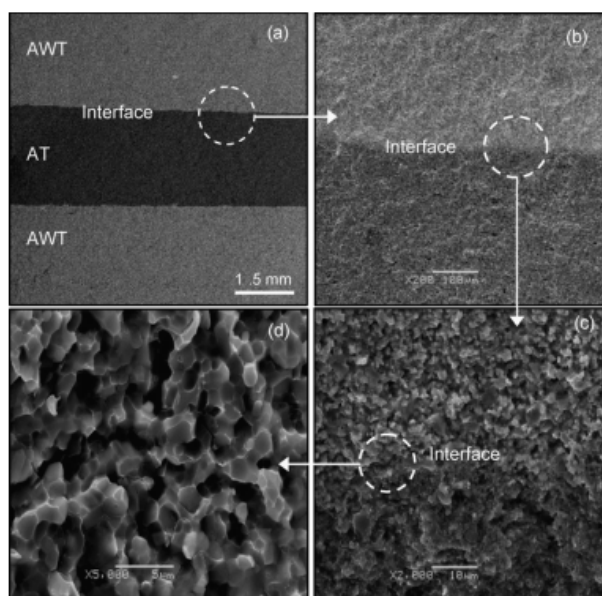
Um exemplo desse avanço pode ser encontrado no estudo realizado por um conjunto de pesquisadores, os quais investigaram os compósitos Al_2O_3 com 15% vol. (C,N)Ti e 15% vol. SiC e Al_2O_3 com 15% vol. SiC e 15% vol. (Ti,W)C. Nesse estudo, eles conseguiram obter materiais com tenacidade à fratura e resistência à flexão aproximadamente 40% superiores em comparação com a alumina não reforçada (Xu et al, 2009). Outra contribuição relevante é apresentada na pesquisa em que combinaram Al_2O_3 micrométrica com reforços micrométricos de WC e

reforços nanométricos de TiC para desenvolver o compósito Al_2O_3 com 24% vol. TiC e 16% vol. WC (Zhão; Yuan; Zhang, 2010).

Em uma abordagem alternativa foram desenvolvidas ferramentas de corte que incorporam camadas intercaladas de compósitos cerâmicos, utilizando uma mistura de Al_2O_3 com 45% vol. (Ti, W)C e Al_2O_3 com 55% vol. TiC (Jianxin et al, 2010). Essa estratégia em camadas é comumente empregada na produção de componentes para engenharia aeroespacial (Badini et al, 2012). Ela oferece benefícios como a resistência ao aparecimento de trincas e a capacidade de absorver as tensões residuais resultantes das disparidades nos coeficientes de expansão térmica entre as diferentes camadas (Jianxin et al, 2010).

Neste estudo, os pesquisadores destacam que a introdução de camadas nas amostras resulta em uma maior tenacidade à fratura em comparação com as amostras sem camadas, como ilustrado na Figura 7. Esse efeito é obtido ao aplicar uma tensão de compressão nas camadas que contêm Al_2O_3 com (Ti, W)C, enquanto as camadas internas contêm o compósito Al_2O_3 com TiC e sofrem tração. Durante a usinagem, as ferramentas cerâmicas de múltiplas camadas demonstraram um menor desgaste de flanco e menos quebras em comparação com as ferramentas sem camadas (Jianxin et al, 2010).

Figura 7 – Micrografias SEM da estrutura da interface de materiais cerâmicos multicamadas AWT + AT.



Fonte: Adaptado de Jianxin et al (2010).

Além disso, a incorporação de novos materiais à matriz de alumina tem sido objeto de estudos adicionais em compósitos. Um exemplo é o trabalho realizado no qual pesquisadores desenvolveram ferramentas de corte com 5% em massa de CeO_2 adicionado à matriz de Al_2O_3 . Essas ferramentas apresentaram um desempenho de corte aprimorado e uma maior resistência ao desgaste de flanco em comparação com a alumina pura ao usinar ferro fundido cinzento. Os autores atribuíram esse comportamento ao aumento da tenacidade à fratura associado à adição do óxido de cério (Kumar; Durai; Sornakumar, 2004).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 MATERIAIS CERÂMICOS PARA PRODUÇÃO DOS COMPÓSITOS

Na preparação dos compósitos de matriz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ com reforço particulado de TiN, foram utilizados pós comerciais. A seguir, encontra-se a descrição detalhada de cada pó cerâmico empregado no estudo:

- Al_2O_3 CT3000-SG (Almatis), com pureza de 99,8% e D_{50} de 0,5 μm , de acordo com a ficha técnica do fabricante;
- ZrO_2 submicrométrica estabilizada na fase tetragonal com 3% em mol de Y_2O_3 , marca Tosoh (Japão), referência TZ-3Y-E, com tamanho médio de partícula de 40 nm, densidade de 6,05 g/cm^3 e área superficial específica de 16 m^2/g (Tosoh, 2019);
- TiN em pó com pureza de 99,5% e densidade de 5,40 g/cm^3 , conforme especificações fornecidas pelo fabricante Empresa Luoyang Tongrun Info Technology CO., LTDA.

Para controlar o crescimento de grão da Al_2O_3 , foi adicionado na matriz $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ 500 ppm de óxido de magnésio, MgO (marca Dinâmica)

Na Tabela 3, encontram-se as denominações das formulações utilizadas, onde a letra "A" denota a Al_2O_3 (óxido de alumínio), a letra "Z" denota a ZrO_2 (óxido de zircônio) contendo uma proporção molar de 3% de ítria (Y_2O_3) e a letra "T" representa reforço particulado de TiN (nitreto de titânio). Quanto aos números 1, 3 e 5, eles correlacionam-se com a quantidade em porcentagem volumétrica de TiN disperso na matriz cerâmica composta de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ e os números 1500 e 1600 correspondem às temperaturas de sinterização expressas em graus Celsius.

Tabela 4 – Denominações das diferentes composições e temperaturas utilizadas no trabalho.

Denominação	Al ₂ O ₃ (%vol)	ZrO ₂ (%vol)	TiN (%vol)	MgO (ppm)
Matriz Cerâmica Al₂O₃-ZrO₂				
AZ-1500	95	5	-	500
AZ-1600	95	5	-	500
Composições Al₂O₃-ZrO₂-TiN				
AZ1T-1500	99		1	500
AZ1T-1600	99		1	500
AZ3T-1500	97		3	500
AZ3T-1600	97		3	500
AZ5T-1500	95		5	500
AZ5T-1600	95		5	500

Fonte: A autora.

3.2 PREPARAÇÃO DA MATRIZ CERÂMICA AZ (Al₂O₃-ZrO₂)

Para a produção da matriz cerâmica AZ (95%Al₂O₃-5%ZrO₂) com adição de 500 ppm de MgO, foi preparada uma suspensão em álcool isopropílico. Para isso, em um frasco de polipropileno (Nalgene), foram adicionados álcool isopropílico, esferas de ZrO₂ (5 mm de diâmetro) e 2% em peso de polivinil butiral (PVB). O frasco foi fechado e colocado no moinho de bolas por 30 minutos para dissolução completa do PVB. Em seguida, os pós-cerâmicos de Al₂O₃, ZrO₂ e MgO foram pesados em uma balança de precisão, marca Shimadzu modelo AY220, e adicionados ao frasco. A quantidade de álcool foi ajustada para garantir a proporção esferas: pó de 2:1. Posteriormente, a mistura foi levada ao moinho de bolas por 24 horas para garantir a completa homogeneização dos componentes.

Após a moagem, a suspensão foi seca com um fluxo de ar quente, com agitação intermitente para evitar aglomerações. O pó seco foi desaglomerado em um almofariz de ágata e peneirado em malha de nylon (80 mesh) para desaglomeração do tamanho das partículas. Este procedimento segue as metodologias descritas por Salem (2017) e Ojaimi et al. (2020).

3.3 PREPARAÇÃO DOS COMPÓSITOS CERÂMICOS COM REFORÇO PARTICULADO DE TiN

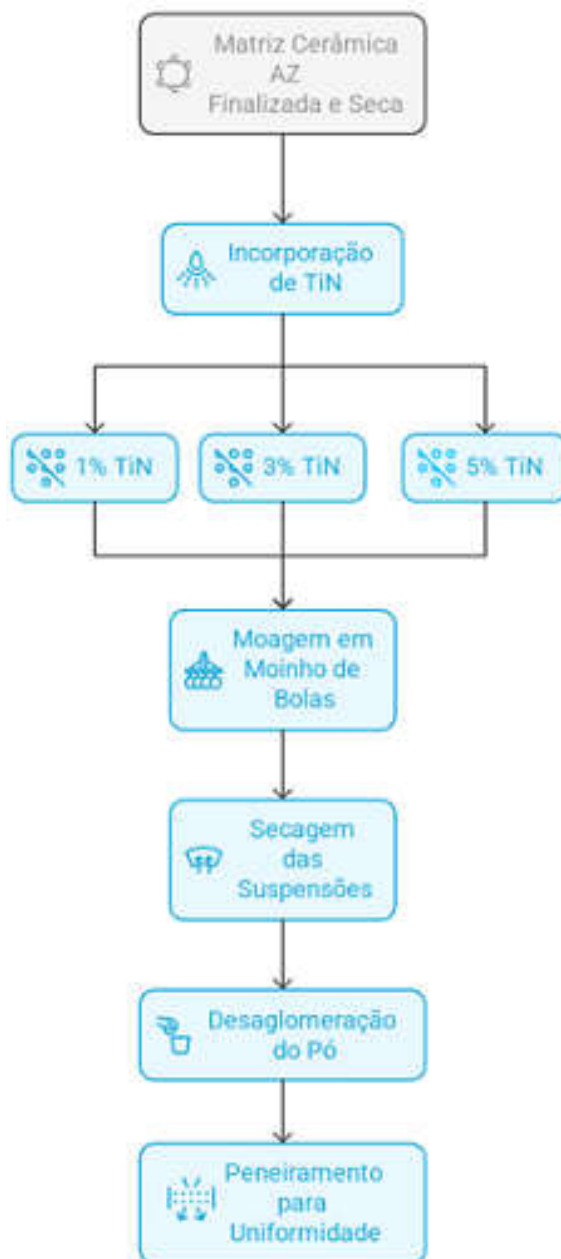
Após a preparação da matriz cerâmica AZ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$) foram preparadas as composições reforçadas com diferentes quantidades de partículas de TiN. As quantidades de TiN adicionadas foram de 1, 3 e 5% em volume.

A escolha dessas quantidades de TiN baseou-se em estudos prévios da literatura que exploraram o uso de diversos reforços particulados, como ZrO_2 , NbC, TiC e WC (Salem, 2017; Acchar et al, 2012).

Para garantir a homogeneização das composições, as misturas foram misturadas em moinho de bolas por 20 horas. A mistura foi realizada em frascos individuais de polipropileno da marca Nalgene, um para cada quantidade distinta de TiN, utilizando meio alcoólico (isopropílico), esferas de ZrO_2 (5 mm de diâmetro) e uma relação de 2:1 entre esferas e material.

Após a mistura e homogeneização, as suspensões foram secas sob fluxo de ar quente, com agitação intermitente, visando à remoção do meio alcoólico e a obtenção de um pó solto e isento de aglomerados. Para complementar essa etapa, utilizou-se um almofariz de ágata para desaglomerar o pó seco. Finalmente, as composições cerâmicas AZ1T, AZ3T e AZ5T foram peneiradas em malha de nylon de 80 mesh, garantindo a uniformidade do tamanho das partículas. A Figura 8 mostra o esquema de preparação dos compósitos cerâmicos.

Figura 8 – Esquema para preparação das composições cerâmicas AZ1T, AZ3T e AZ5T.



Fonte: A autora.

3.4 PRENSAGEM UNIAXIAL

Os compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T, além da matriz cerâmica AZ, foram conformados por prensagem uniaxial em moldes metálicos de 8 mm e 13 mm de diâmetro, utilizando uma prensa hidráulica manual com pressão de 150 MPa. Os

corpos de prova com 8 mm de diâmetro foram destinados à caracterização microestrutural e à análise das propriedades mecânicas, enquanto os de 13 mm foram utilizados nos ensaios de desgaste. A escolha do diâmetro maior (13 mm) e da espessura aproximada de 3 mm para os ensaios de desgaste visou facilitar a manipulação das amostras, permitindo a realização de três trilhas de desgaste por amostra, melhorando a confiabilidade dos ensaios. Após a prensagem, os corpos de prova tiveram seus diâmetros, espessuras e massas mensurados para o cálculo da densidade inicial do material, denominada "densidade a verde".

Adicionalmente, corpos de prova do compósito cerâmico AZ5T foram conformados em moldes metálicos de geometria quadrada (16 × 16 mm) para a fabricação de ferramentas de corte, seguindo as mesmas condições de prensagem descritas anteriormente.

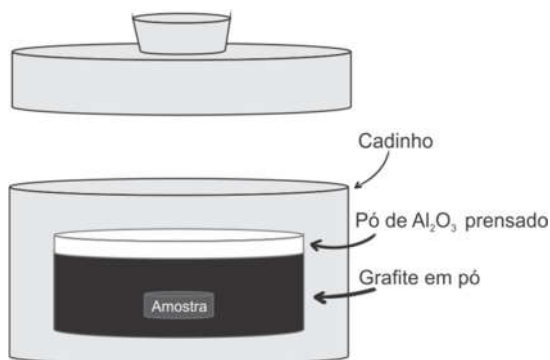
3.5 SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL

A matriz cerâmica AZ e os compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T conformados foram sinterizados em um forno elétrico EDG10P-S, localizado no Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

Para evitar a oxidação do TiN e garantir um aquecimento uniforme, minimizando gradientes de temperatura, as amostras foram acondicionadas em cadinhos de alumina com tampa, conforme Figura 22, envoltas em pó de grafite e seladas com uma camada de pó de alumina, conforme o método AGPB (*Alumina-Graphite Powder Bath*) (Salem et al, 2018; Makireddi; Ghuge; Behera, 2022; Makireddi et al, 2023), ilustrado na Figura 9.

As sinterizações foram realizadas em duas temperaturas distintas, 1500°C e 1600°C, com patamar de 120 minutos e taxa de aquecimento de 10 °C/min. Para cada temperatura e composição, foram sinterizados cinco corpos de prova.

Figura 9 – Montagem do cadinho de alumina com banho de grafite em pó.



Fonte: A autora.

3.6 CARACTERIZAÇÕES DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS

3.6.1 Difração de raios X (DRX)

As fases cristalinas dos pós cerâmicos iniciais e das amostras sinterizadas, foram identificadas por DRX usando um difratômetro de raios X da marca Rigaku modelo Ultima IV, com radiação $\text{CuK}\alpha$ ($1,54 \text{ \AA}$), tensão de 30 kV e corrente de 10 mA, em geometria Bragg-Brentano. Os difratogramas foram obtidos no intervalo de 2θ de $5 - 90^\circ$, com passo de $0,02^\circ$ e um intervalo de tempo de 10s-25s. As análises de difratometria de raios X foram realizadas no Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-Labmu) da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

As análises dos difratogramas foram feitas utilizando o software Search Match. Essa análise permitiu verificar a estabilidade das fases após o processo de sinterização.

3.6.2 Densidade aparente

A densidade aparente das amostras sinterizadas foi medida pelo método de imersão em líquido de acordo com o Princípio de Arquimedes (ASTM C:373-88, 2024). Para isso, as amostras sinterizadas foram secas em estufa por 24 horas a 110°C e resfriadas em um dessecador, para obtenção do peso seco. Em seguida, as amostras sinterizadas foram imersas em água destilada por 24 horas, e pesadas em balança de precisão marca Shimadzu modelo AY220 para obter o peso imerso e peso úmido.

A densidade aparente foi calculada usando a Equação 2:

$$DA = \left(\frac{M_s}{M_u - M_i} \right) \cdot \rho_a \quad (2)$$

Onde: DA = Densidade aparente (g/cm³)

M_s = Massa do compósito seco (gramas)

M_u = Massa do compósito úmido (gramas)

M_i = Massa do compósito imerso (gramas)

ρ_a = Densidade da água à temperatura ambiente (g/cm³)

Os resultados da densidade aparente foram apresentados também em termos de porcentagem da densidade teórica referente à matriz cerâmica AZ e em relação aos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T.

3.6.3 Caracterização microestrutural

A caracterização microestrutural das amostras sinterizadas foi realizada por microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (MEV/FEG) e espectroscopia por dispersão de energia (EDS). As imagens foram obtidas utilizando um microscópio Tescan MIRA 3, equipado com um detector EDS da Oxford Instruments, pertencente ao Complexo de Laboratórios Multiusuários (C-Labmu) da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG). Para análise da microestrutura, as amostras sinterizadas foram fraturadas a fim de observar o tamanho dos grãos e a dispersão do TiN.

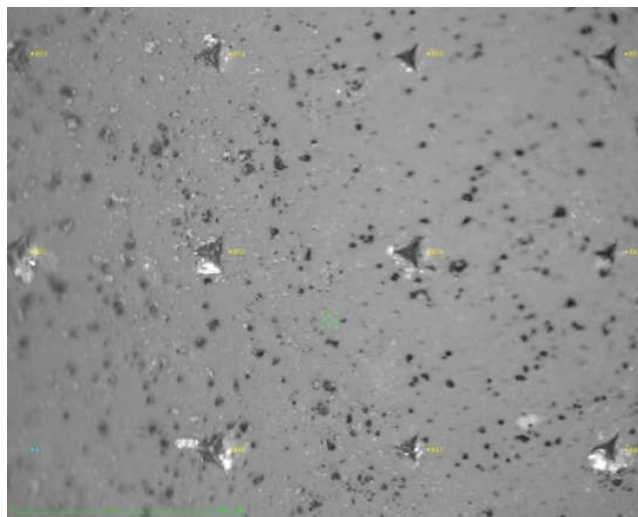
Para a obtenção das imagens, as amostras foram recobertas com um filme metálico de ouro por meio de pulverização catódica. O recobrimento foi realizado durante 90 segundos, sob corrente de 15 mA e voltagem de 20 kV, utilizando o equipamento Quorum SC7620 SEM Sputter Coater, disponível no laboratório C2MMa da UTFPR – Campus Ponta Grossa.

3.7 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

3.7.1 Módulo de elasticidade

Para obtenção do módulo de elasticidade foi utilizado um Nanoindentador Instrumentado, Modelo: UNAT-ASMEC/Zwick/Roell, no Laboratório de Propriedades Nanomecânicas da Universidade Federal do Paraná - UFPR. O ensaio consistiu em uma matriz com 12 indentações dispostas numa matriz (3 x 4), como mostrado na Figura 10, espaçadas 100 μm entre elas, para que não houvesse interação dos campos de tensão gerados pelas indentações, os quais poderiam mascarar os resultados obtidos. Utilizou-se o método QCSM (*Quasi Continuous Stiffness Measurement*) de carregamento e descarregamento, com carga máxima de 2000 mN (Asmec, 2014; Hay; Agee; Herbert, 2010). O penetrador utilizado para os ensaios foi uma ponta do tipo Berkovich, que consiste em uma ponta piramidal de diamante com base triangular.

Figura 10 – Micrografia óptica da matriz 3x4 de indentações na cerâmica AZ-1600, obtidas com ponta Berkovich em nanoindentador instrumentado, usando o método QCSM.

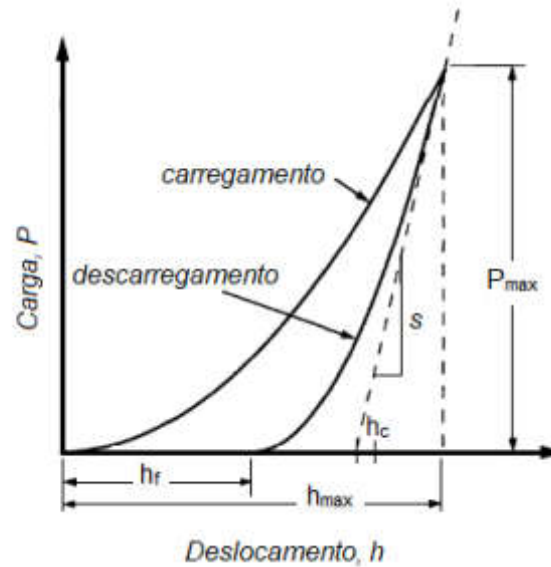


Fonte: A autora.

A análise dos dados foi baseada no método proposto por Oliver e Pharr (1992), que permite determinar propriedades mecânicas como dureza (H) e módulo de elasticidade (E) a partir da curva de carregamento e descarregamento força-deslocamento, representada pela Figura 11. Essa curva permite extrair parâmetros fundamentais como: profundidade máxima de penetração (h_{max}), profundidade de

contato (h_c), profundidade final (h_f), carga máxima aplicada (P_{max}) e rigidez elástica de descarga (S), sendo esta última obtida a partir da derivada da curva no trecho inicial da descarga.

Figura 11 – Curva de carga versus profundidade de penetração (carregamento-descarregamento).



Fonte: Adaptado de Oliver; Pharr (1992).

A partir da rigidez elástica de contato S , calculou-se o módulo de elasticidade reduzido (E_r) pela Equação 3:

$$S = \frac{dF}{dh} = \frac{2\beta\sqrt{A}}{\pi} \cdot E_r \quad (3)$$

Onde β é um fator relacionado à geometria do indentador (para Berkovich, $\beta \approx 1,034$), e A é a área projetada de contato, determinada em função da profundidade de contato (h_c).

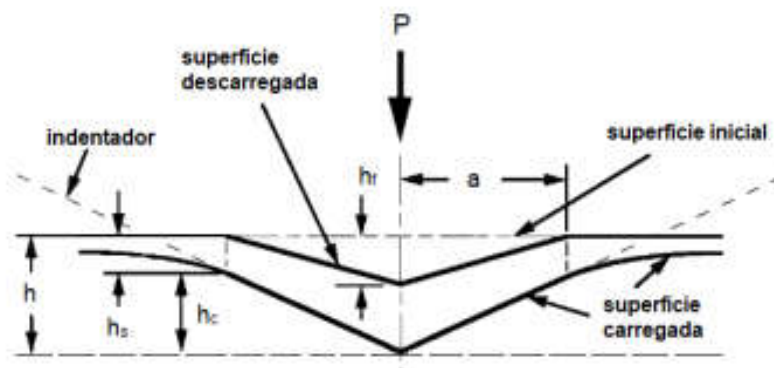
Em seguida, o módulo de elasticidade do material (E) foi obtido a partir do módulo reduzido por meio da Equação 4:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i} \quad (4)$$

Nessa equação, ν é o coeficiente de Poisson do material, enquanto $E_i = 1141$ GPa e $\nu_i = 0,07$ são os valores correspondentes ao indentador de diamante Berkovich.

A Figura 12 apresenta o perfil esquemático de uma indentação, indicando os principais parâmetros geométricos utilizados na análise, como a profundidade total ($h_{\max}$), profundidade de contato (h_c) e o deslocamento superficial (h_s), que afetam diretamente os cálculos de área de contato e rigidez.

Figura 12 – Perfil esquemático da indentação em corte transversal durante e após o teste.



Fonte: Adaptado de Oliver; Pharr (1992).

Essa metodologia permite determinar o módulo de elasticidade sem a necessidade de medir diretamente a impressão deixada na amostra, sendo adequada para materiais frágeis como cerâmicas, especialmente em escalas micrométricas e submicrométricas.

3.7.2 Dureza e Tenacidade à fratura por indentação

Para as medidas de microdureza Vickers (H_v) e tenacidade à fratura por indentação (K_{IC}), as superfícies das amostras sinterizadas foram preparadas para que nenhum tipo de imperfeição superficial interferisse nos resultados. Para isso as amostras sinterizadas foram embutidas em resina epóxi e retificadas com rebolo de diamante e polidas em pasta de diamante de 3 e 1 μm .

A microdureza Vickers das amostras sinterizadas foram medidas utilizando um microdurômetro Vickers (marca Shimadzu, modelo HVM-2T), com carga de 9,81

N (1 kgf) e tempo de 15 segundos, seguindo a metodologia proposta pela norma ASTM C1327-15 (2015).

A tenacidade à fratura por indentação das amostras sinterizadas foram realizadas pelo método da indentação utilizado o microdurômetro Vickers (marca Shimadzu, modelo HMV-2T), com carga de 19,62 N (2 kgf) e tempo de indentação de 30 segundos. Os valores de tenacidade à fratura por indentação, expressos pelo fator de intensidade de tensão crítica (K_{IC}) foram calculados utilizando a Equação 5 (Anstis et al, 1981; Li et al, 2024), utilizada para materiais que apresentam trincas do tipo radial mediana, conforme mostrada Figura 13.

$$K_{IC} = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{Hv} \right)^{1/2} \cdot \frac{P}{C^{3/2}} \quad (5)$$

Onde: K_{IC} = Tenacidade a fratura ($\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$)

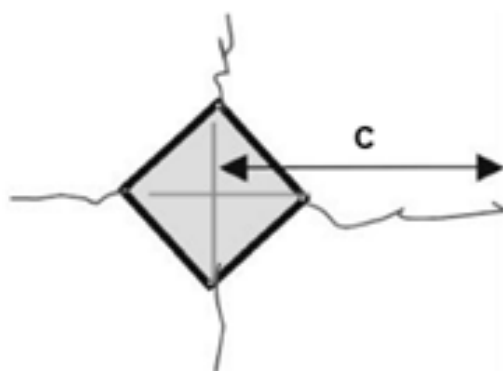
E = Módulo de Young (GPa)

Hv = Dureza Vickers (GPa)

P = Carga utilizada (N)

C = Comprimento da semi-diagonal de impressão + trinca (m)

Figura 13 – Esquema da indentação evidenciando a formação de fissuras.



Fonte: Adaptado de Scherrer; Denry; Wiskott (1998).

Foram realizadas 20 indentações em cada amostra sinterizada, sendo 10 para microdureza Vickers e 10 para tenacidade à fratura por indentação. As imagens das indentações foram obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (MEV) da

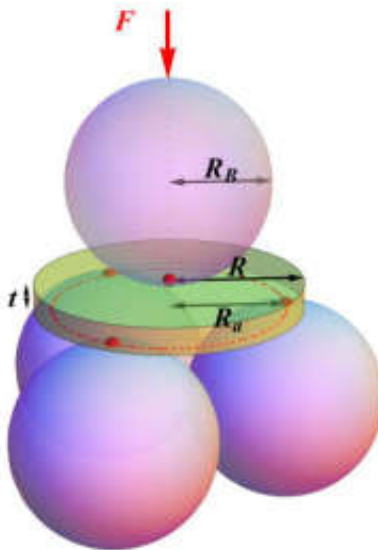
marca Tescan, modelo VEGA 3 e o comprimento das trincas geradas pelo processo de indentação foram medidas pelo software ImageJ®.

3.7.3 Resistência à flexão biaxial - Esfera-sobre-três esferas (B3B)

O ensaio de flexão biaxial sobre três esferas (*Ball on Three Balls – B3B*) é um método utilizado para avaliar a resistência mecânica de materiais frágeis. Sua principal vantagem em relação aos testes convencionais de flexão é a maior estabilidade dos resultados, mesmo diante de pequenas variações geométricas na amostra ou na montagem do experimento. Além disso, esse método minimiza a influência de defeitos nas bordas da amostra e reduz significativamente o efeito do atrito durante o ensaio (Harrer et al., 2007; Danzer et al., 2007).

O teste consiste em apoiar a amostra, geralmente na forma de um disco, sobre três esferas de mesmo diâmetro, formando um suporte equilibrado. No centro da amostra, é posicionada uma quarta esfera, também de igual diâmetro, que está conectada a uma peça acoplada a máquina universal de ensaios mecânicos, conforme apresentado na Figura 14. Durante o ensaio, essa máquina aplica uma força gradativa sobre a esfera central, gerando uma tensão biaxial na amostra até sua fratura.

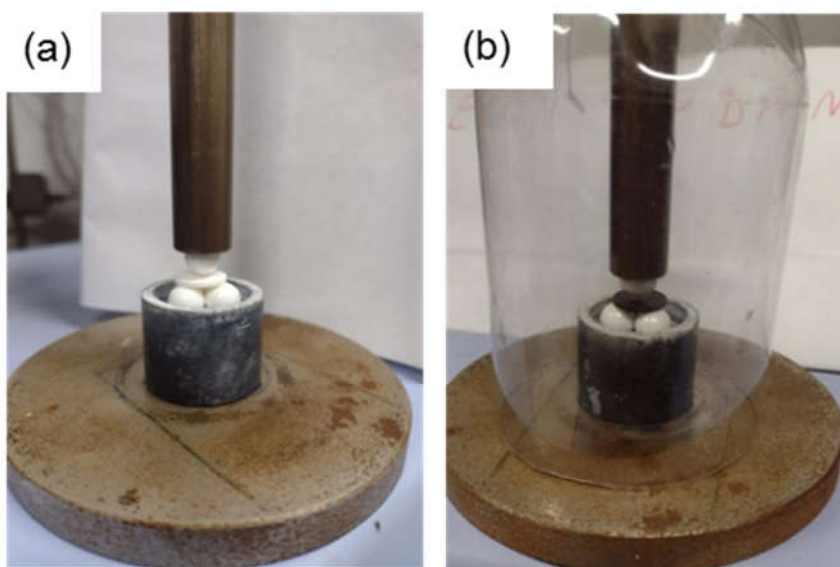
Figura 14 – Desenho esquemático do ensaio de resistência à flexão B3B.



Fonte: Adaptado de B3B web-App.

O sistema para o teste consiste em três esferas de alumina com 8 mm de diâmetro e uma quarta esfera com o mesmo diâmetro que é posicionada no centro a amostra, conforme mostram as Figuras 15(a) e (b). As amostras possuem formatos de disco, com espessura $1,2 \pm 0,1$ mm, e diâmetro de 12 mm, as quais foram lixadas e polidas em pasta de diamante de 3 e 1 μm em ambas as superfícies para realização do ensaio.

Figura 15 – Esquema do posicionamento das amostras (a) AZ1500 e (b) AZ5T1500 para realização do ensaio de flexão B3B.



Fonte: A autora.

Para os ensaios de B3B, foi utilizado um carregamento de 500 $\mu\text{m}/\text{min}$, com a máquina de tração da marca Shimadzu, modelo AGS-X 5 kN, e o software Trapezium Lite X, do Laboratório de Propriedades Mecânicas e de Superfícies da UEPG. Os testes foram realizados em um ambiente controlado com temperatura ambiente (24°C) e umidade do ar 50%. O cálculo de resistência à fratura é dado pela Equação 6 (Börger; Supancic; Danzer, 2002; Danzer et al, 2007 ; B3B web-App):

$$\sigma_s = f(\alpha', \beta, v) \frac{F}{t^2} \quad (6)$$

Onde:

σ_s = tensão de fratura (MPa);

$f(\alpha', \beta, \nu)$ = fator adimensional que corrige a equação de acordo com a geometria da amostra e propriedades do material.

Esse fator depende de três parâmetros:

- $\alpha' = \frac{t}{R}$: razão entre a espessura da amostra e o raio da amostra;
- $\beta = \frac{R}{R_a}$: razão entre o raio da amostra (R) e o raio das esferas de suporte (R_a);
- ν : coeficiente de Poisson do material ensaiado;

F = força aplicada pela esfera central sobre a amostra (N)

t = espessura da amostra (mm)

3.7.4 Análise de desgaste

Para realização do ensaio de desgaste, as amostras sinterizadas foram retificadas com rebolo de diamante e polidas em pasta de diamante de 3 e 1 μm , limpas em banho ultrassônico com álcool isopropílico, secas em estufa a 110°C e pesadas em balança analítica com precisão de 0,0001 g.

Os ensaios de desgaste foram realizados no Complexo de Laboratório Multiusuários (C-Labmu) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, em um tribômetro modelo CSEM/ CSM Instruments com configuração esfera-sobre-disco, apresentado na Figura 16.

Esse equipamento executa com movimento rotacional entre dois corpos, sendo um a esfera e o outro o disco. A esfera é presa ao braço por um suporte chamado porta esfera enquanto o disco realiza movimento giratório fixado no equipamento. As cargas são do tipo “peso morto” colocadas acima do braço onde se localiza a esfera. O software TriboX 2.10.C, instalado no computador do equipamento, é responsável pela conversão do deslizamento em coeficiente de atrito (COF). A partir deste software podem ser programadas todas as variáveis do ensaio, como velocidade de deslizamento, distância percorrida, carga, diâmetro da trilha de desgaste, temperatura e umidade.

Figura 16 – Tribômetro com configuração esfera-sobre-disco.



Fonte: A autora.

Foram realizadas três trilhas de deslizamento à seco (sem lubrificação) para cada amostra sinterizada, com velocidade de deslocamento de 0,1 m/s, distância percorrida de 2000 m, carga de 10N, trilhas de desgaste com raios de 2, 3,5 e 5 mm e condições controladas de temperatura de $25 \pm 3^\circ\text{C}$ e umidade relativa de $40 \pm 5\%$.

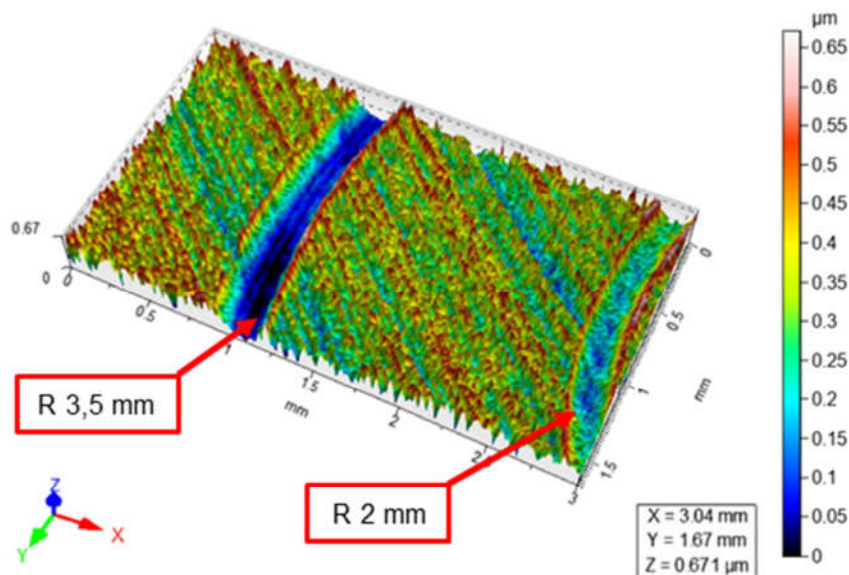
A esfera utilizada foi a de WC–6%Co com diâmetro 6 mm. A esfera de WC–6%Co foi escolhida devido à sua alta resistência ao desgaste e dureza de ≈ 19 GPa, seguindo as indicações da norma ASTM G99-17 (2017) em relação às condições do ensaio e características para execução.

Após a realização dos ensaios, as trilhas de desgaste de todos os compósitos também foram analisadas por microscopia ótica, visando avaliar os mecanismos envolvidos em cada condição de desgaste.

3.7.5 Perfilometria óptica

As imagens do perfil das trilhas, realizadas pelo equipamento tribômetro modelo CSEM/ CSM Instruments, foram obtidas com a utilização de um perfilômetro óptico a laser da marca Taylor Hobson CCI Lite, pertencente ao C2MMA da UTFPR do Campus de Ponta Grossa. Esses perfis de mapeamento foram medidos na região de transversal as trilhas, com objetiva de 50x, que foram alinhados na direção da profundidade das trilhas, conforme mostra a Figura 17.

Figura 17 – Perfilometria óptica das trilhas gerada após o ensaio de desgaste da amostra teste, mostrando o perfil da trilha com R 2 mm e trilha com R 3,5 mm.



Fonte: A autora.

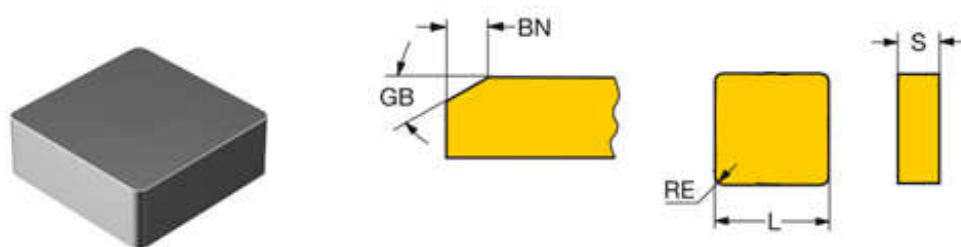
3.8 PREPARAÇÃO DAS FERRAMENTAS DE CORTE

O compósito cerâmico AZ5T foi selecionado para a fabricação das ferramentas cerâmicas de corte desenvolvidas neste estudo, devido às suas boas propriedades mecânicas e à maior concentração de reforço particulado de TiN. A conformação e a sinterização desse compósito seguiram os procedimentos descritos nos itens 5.2 e 5.3 da metodologia.

Após o processo de sinterização, as ferramentas cerâmicas de corte AZ5T foram preparados conforme o desenho esquemático apresentado na Figura 18, em uma retificadora CNC de quatro eixos Agathon DOM Plus (rotação máxima de 3400 rpm e potência máxima de 16kW), equipada com rebolo do tipo copo de ligante vitrificado, grãos abrasivos de diamante com tamanho aproximado de 15 µm (D15) e concentração C100, conforme mostrado pela Figura 19(a) e (b). As condições de corte para retificação das superfícies de saída e de folga foram mantidas constantes: velocidade de corte $v_s = 20$ m/s, velocidade de avanço axial $v_{fa} = 2$ mm/min, velocidade de rotação do inserto para retificação do raio de ponta $v_R = 57,63^\circ/\text{s}$ e aplicação de óleo mineral de forma abundante. De modo a se evitar o efeito do desgaste da camada abrasiva, o rebolo foi dressado antes da retificação de cada

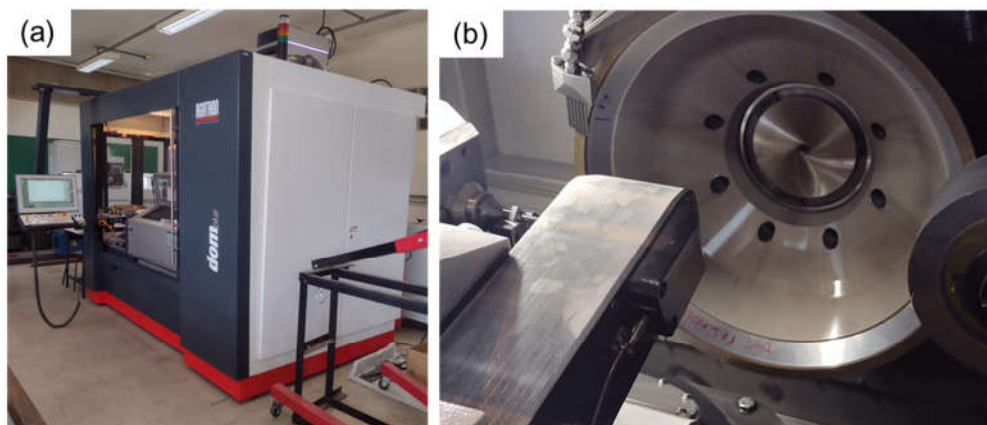
inserto por um dressador de alumina tipo copo, com granulometria 220 #, velocidade de corte $v_{cd} = 10$ m/s, velocidade de avanço axial $v_{fad} = 3$ $\mu\text{m/s}$ e percurso de dressagem $l_d = 15$ μm . Esse equipamento pertence ao Laboratório de Processos de Fabricação do Departamento de Engenharia Mecânica da Universidade Federal de São Carlos (UFSCar).

Figura 18 – Desenho esquemático da ferramenta cerâmica de corte.



Fonte: Adaptado de Guia Sandvik (2024)

Figura 19 – (a) Retificadora CNC e (b) rebolo tipo copo.

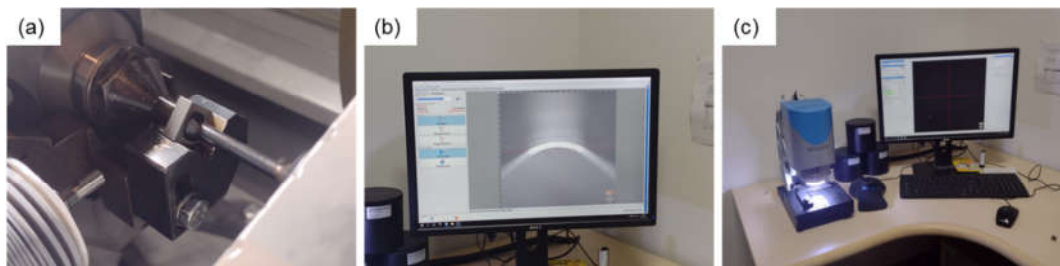


Fonte: A autora.

Após o processo de retificação para a preparação de aresta (Figura 20(a)), foi realizada o controle das dimensões da aresta de corte em um microscópio Alicona Infinite Focus SL, conforme apresentadas na Figura 20(b) e (c), as ferramentas de corte cerâmicas, com geometria quadrada, apresentaram as seguintes dimensões: comprimento de aresta $L = 12,7 \times 12,7$ mm, espessura $S = 4,76$ mm, raio de ponta $RE = 0,8$ mm, chanfro nominal de largura $BN = 0,08$ mm e

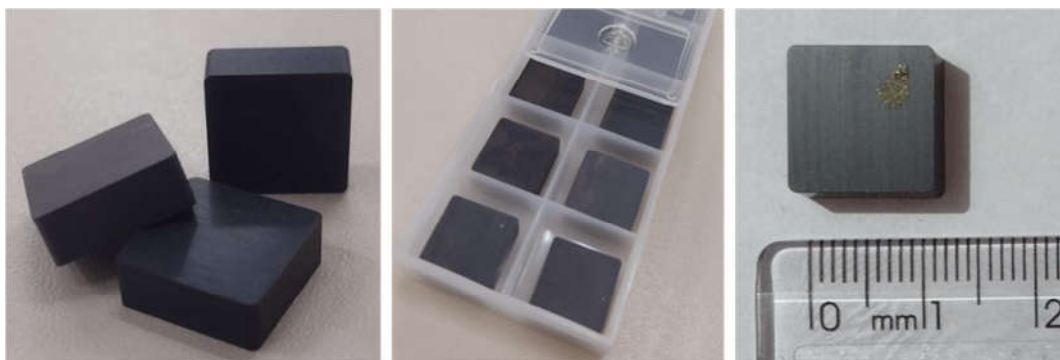
ângulo GB = 20 °. As ferramentas cerâmicas retificadas são apresentadas na Figura 21.

Figura 20 – (a) Preparação da aresta, (b) realização das medidas da aresta de corte e (c) microscópio Alicona Infinite Focus SL.



Fonte: A autora.

Figura 21 – Ferramenta cerâmica de corte fabricada em laboratório, após processo de retificação e preparação de aresta.



Fonte: A autora.

3.9 TESTES DE TORNEAMENTO

Os testes de torneamento foram realizados em um torno CNC da marca Romi, modelo Galaxy 15S, pertencente ao Laboratório de Usinagem da Universidade Tecnológica Federal do Paraná – Campus Ponta Grossa (UTFPR-PG). A definição dos parâmetros de corte utilizados nos ensaios foi baseada nas recomendações de uso fornecidas pelo fabricante de uma ferramenta cerâmica comercial amplamente disponível no mercado, composta por uma matriz de Al_2O_3 com reforço de TiC. Essa ferramenta comercial foi utilizada com dupla finalidade: como referência para a definição das condições de corte aplicadas nos ensaios e como padrão comparativo

para a avaliação do desempenho das ferramentas cerâmicas AZ5T1500 e AZ5T1600 desenvolvidas nesta pesquisa.

Os testes foram realizados a seco e seguiram as diretrizes da norma ABNT NBR ISO 3685 (2017), que estabelece critérios para avaliação do desgaste em ferramentas de corte. Foram adotados os seguintes parâmetros de corte: velocidade de corte de 550 metros por minuto, profundidade de corte de 1,00 milímetro e avanço de 0,10 milímetros por rotação. Esses valores foram mantidos constantes em todos os ensaios.

Os testes de usinagem desta pesquisa, utilizou o ferro fundido cinzento da classe FC10, que pertence ao grupo das ligas ferro-carbono com teor de carbono superior a 2%. Segundo a especificação do fabricante, sua composição química típica apresenta as seguintes faixas: carbono (3,1–3,4%), silício (1,8–2,4%), manganês (0,4–0,8%), fósforo (máx. 0,15%) e enxofre (máx. 0,12%). O ferro fundido cinzento é amplamente utilizado na indústria por suas boas propriedades, como facilidade de fusão e moldagem, boa resistência mecânica, excelente usinabilidade, boa resistência ao desgaste e elevada capacidade de amortecimento de vibrações. Essas características decorrem, em grande parte, da presença do carbono na forma de grafita distribuída em veios (ou lamelas) na microestrutura, o que facilita a formação de cavacos durante a usinagem, reduz o atrito entre a ferramenta e o material, e melhora o desempenho do processo. Elementos como cromo, molibdênio e vanádio podem estar presentes em menores proporções, formando carbeto duros que elevam a dureza e a resistência ao desgaste, mas que, por outro lado, diminuem a usinabilidade do material (Chiaverini, 2008; Ferraresi, 1970; Sandvik Coromant, 2024).

Os corpos de prova foram confeccionados com diâmetro de 100 milímetros e comprimento de 150 milímetros. Antes dos testes, todas as peças passaram por uma usinagem preliminar para remoção de óxidos e impurezas superficiais. Essa etapa teve como objetivo reduzir vibrações durante a usinagem, evitar quebras prematuras das ferramentas e garantir maior reprodutibilidade dos resultados, conforme ilustrado na Figura 22.

Figura 22 – Preparação dos corpos de prova de ferro fundido.

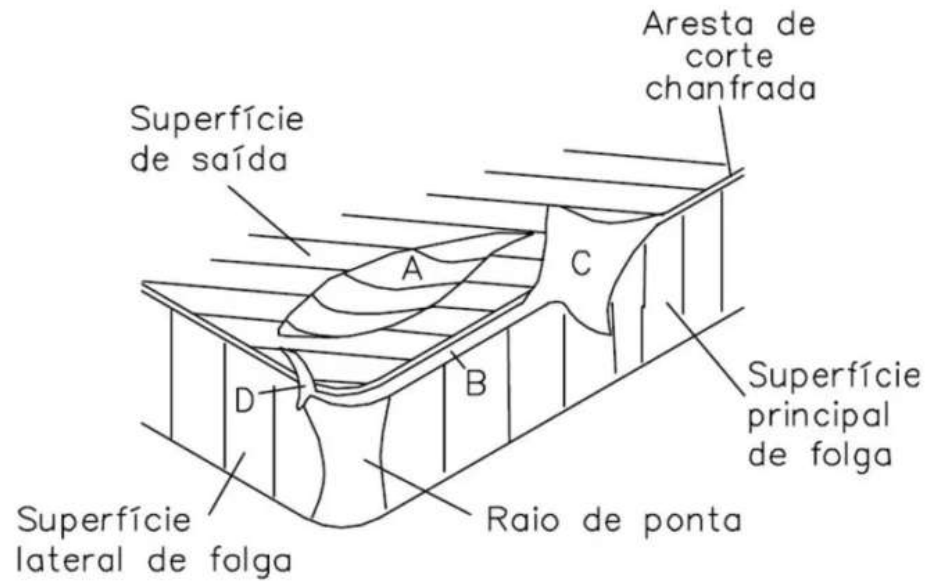


Fonte: A autora.

A análise dos ensaios de usinagem foi realizada em duas etapas. Na primeira etapa, os testes foram interrompidos a cada dois minutos para a medição do desgaste do flanco principal da ferramenta cerâmica. A região avaliada está indicada na Figura 23. As imagens das áreas desgastadas foram obtidas por meio de um microscópio eletrônico de varredura da marca Tescan, modelo Vega 3, pertencente à UTFPR – Campus Ponta Grossa. A avaliação do desgaste foi conduzida conforme os critérios da norma ABNT NBR ISO 3685 (2017), considerando os parâmetros de desgaste médio de flanco (V_B) e desgaste de flanco máximo ($V_{Bmáx}$), com limites de referência estabelecidos em 0,3 milímetro para V_B e 0,6 milímetro para $V_{Bmáx}$.

Ao final de cada passe, a rugosidade da superfície usinada foi avaliada por meio de um rugosímetro portátil da marca Mahr, modelo MarSurf PS 10. Essa medição permitiu coletar a R_a (rugosidade média) das superfícies obtidas nas peças usinadas.

Figura 23 – Representação das regiões de desgaste de uma ferramenta de corte.



Fonte: adaptação de Machado et al (2015).

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

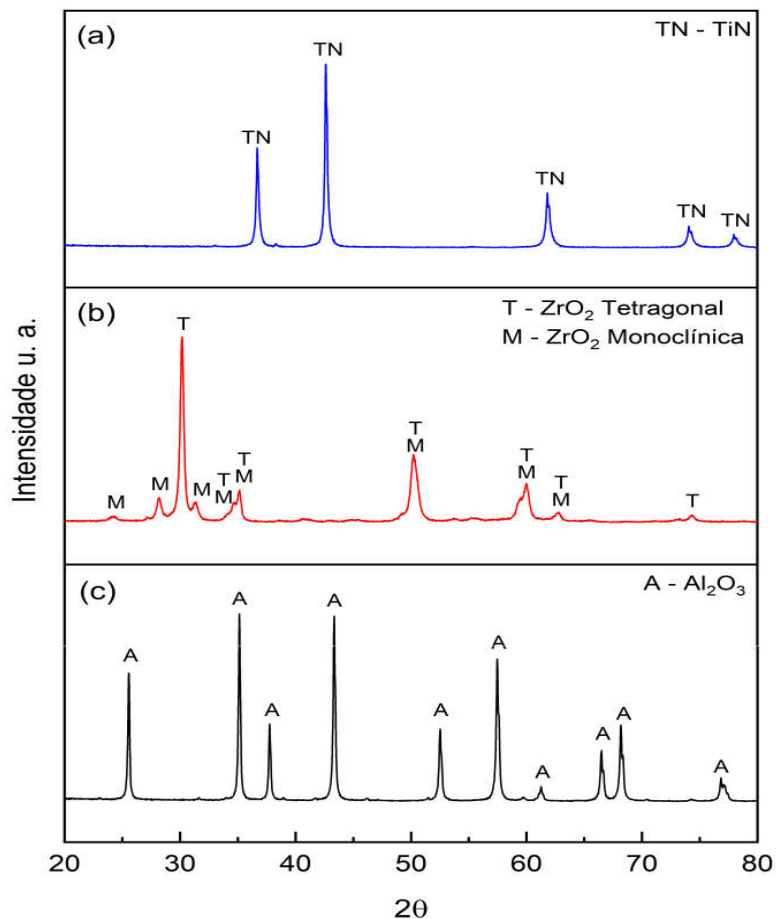
4.1 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DOS PÓS CERÂMICOS

Os difratogramas correspondentes ao TiN, ZrO₂ e Al₂O₃ estão apresentados na Figura 24. O TiN apresenta uma estrutura cúbica de face centrada (CFC), pertencente ao grupo espacial Fm-3m. Os picos de difração característicos são atribuídos aos planos (111), (200), (220), (311) e (222), confirmando sua estrutura cristalina e conforme mostra a Figura 24(a) (Kuwahara et al, 2001).

No pó de ZrO₂ utilizado nesta pesquisa, foram identificadas duas fases, conforme mostrado na Figura 24(b). A fase monoclinica (M- ZrO₂), que é estável à temperatura ambiente até aproximadamente 1170°C, caracteriza-se por uma estrutura monoclinica pertencente ao grupo espacial P2₁/c, com picos de difração típicos nas orientações (-111), (111), (002), (200) e (202) e a fase tetragonal (T- ZrO₂), estável entre 1170°C e 2370°C, que apresenta uma estrutura tetragonal no grupo espacial P4₂/nmc, com picos de difração observados nas orientações (101), (110), (112) e (103). (Ostrovoy et al, 1998; Meena; Vidyasagar; Benny Karunakar, 2022).

A Al₂O₃ cristaliza-se na fase alfa (α- Al₂O₃), conhecida como coríndon, que possui uma estrutura cristalina hexagonal compacta pertencente ao grupo espacial R-3c. Os principais picos de difração observados no DRX incluem os planos cristalográficos (012), (104), (110), (113), (024), (116), (018), (214), (300), (0110), (119), (220), (223) e (0210), conforme apresentado na Figura 24(c) (Ostrovoy et al, 1998; Liu et al, 2018).

Figura 24 – Difração de raios X dos pós cerâmicos precursores: (a) TiN, (b) ZrO₂ e (c) Al₂O₃.

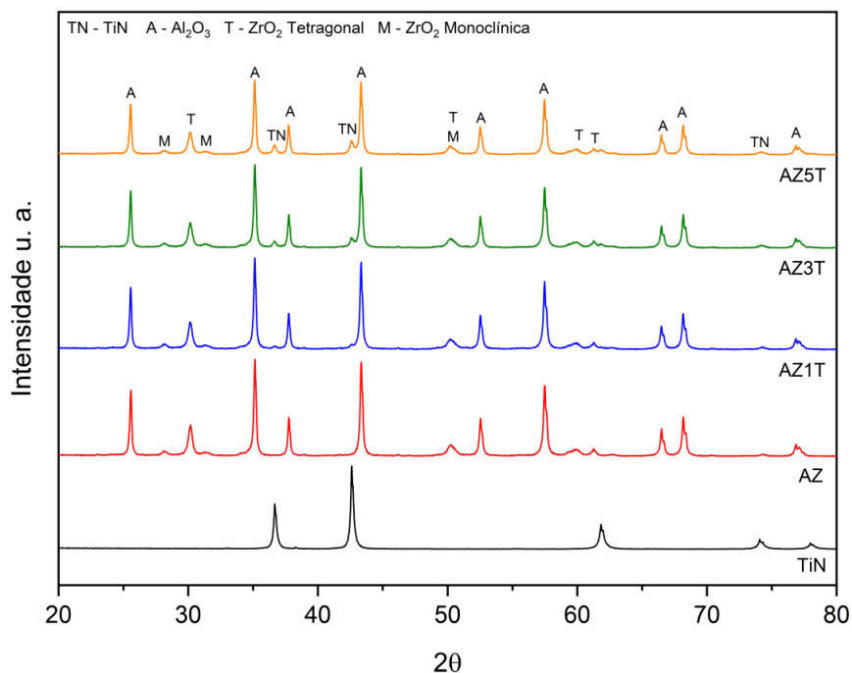


Fonte: A autora.

A Figura 25 apresenta os resultados da difração de raios X do pó de TiN particulado, da matriz AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, antes do processo de sinterização. Observa-se que todos os picos de difração de raios X característicos da matriz AZ estão presentes nas amostras analisadas. Além disso, com o aumento da quantidade de TiN particulado adicionado à matriz AZ, há um aumento na intensidade dos picos de difração de raios X referentes ao TiN, evidenciando sua presença. No caso do compósito contendo 1% de TiN em volume, os picos correspondentes aparecem de forma discreta, o que era esperado devido à pequena quantidade desse material na composição.

Observa-se que, os picos de difração do TiN são claramente identificados em todos os compósitos cerâmicos, mostrando que o material permanece presente após a homogeneização e preparação dos pós, não havendo nenhuma reação entre os pós cerâmicos precursores.

Figura 25 – Difração de raios X dos pós cerâmicos de TiN particulado e da matriz AZ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$), comparando diferentes composições dos compósitos cerâmicos produzidos.



Fonte: A autora.

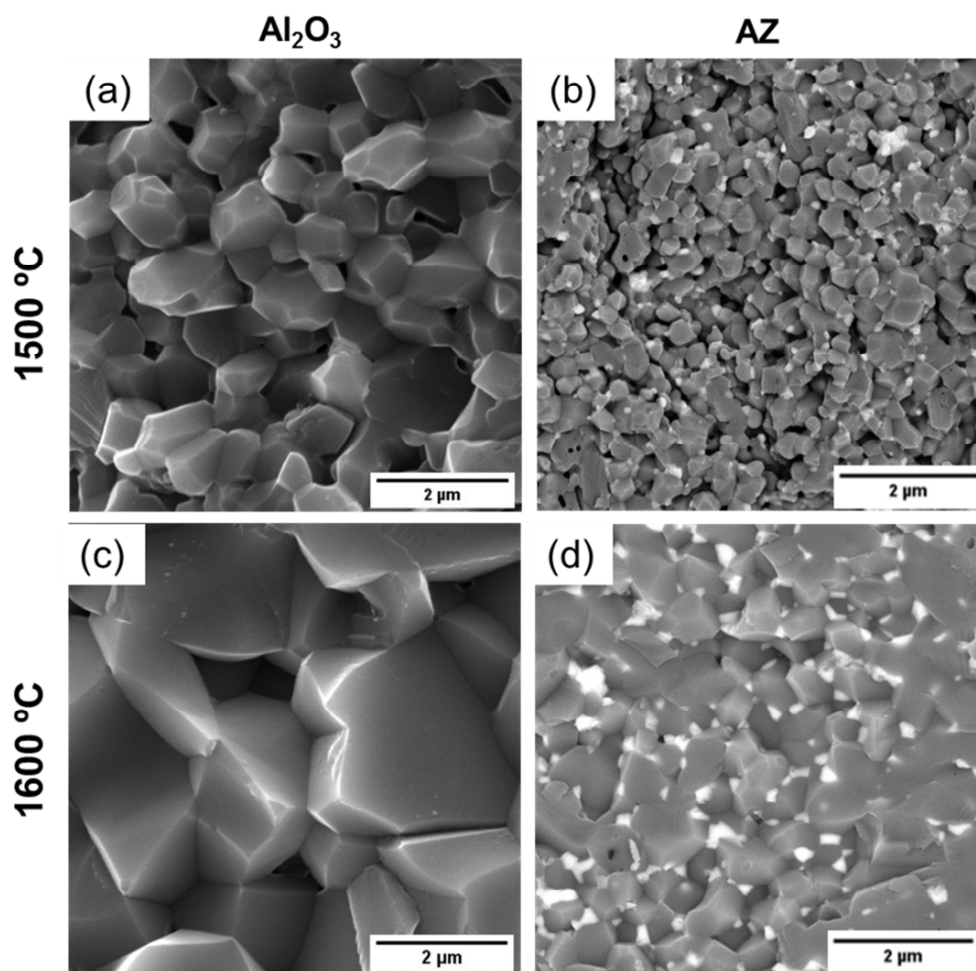
4.2 ESCOLHA DA MATRIZ AZ PARA DESENVOLVIMENTO DE COMPÓSITOS

As micrografias apresentadas na Figura 26 ilustram a microestrutura da Al_2O_3 e da matriz AZ, mostrando o efeito da adição de 5% de ZrO_2 e do MgO , bem como a influência da temperatura de sinterização. As Figuras 26(a) e 26(c) mostram a Al_2O_3 sinterizada a 1500°C e 1600°C , respectivamente, enquanto as Figuras 26(b) e 26(d) apresentam a microestrutura da matriz AZ nas mesmas condições de processamento, permitindo uma comparação direta entre as composições.

A escolha da matriz AZ baseou-se em resultados experimentais que indicaram desempenho superior em relação à Al_2O_3 . Essa superioridade foi observada tanto nas micrografias obtidas por MEV/FEG, quanto nos resultados quantitativos de densidade relativa, tamanho médio de grão, dureza e tenacidade à fratura, conforme apresentado na Tabela 5. Observa-se que, embora a matriz AZ apresente densidade ligeiramente inferiores às da Al_2O_3 , ela exibe grãos menores em ambas as temperaturas, mostrando o efeito inibidor do MgO sobre o crescimento de grãos da Al_2O_3 . Além disso, a matriz AZ apresentou valores superiores de tenacidade à fratura em ambas as temperaturas, com destaque para o resultado de

3,8 MPa.m^{1/2} obtidos a 1600°C, resultado da atuação da ZrO₂. A dureza Vickers manteve-se estável na matriz AZ, indicando que o refino da microestrutura não comprometeu essa propriedade.

Figura 26 – Micrografia Al₂O₃ e matriz AZ nas temperaturas de 1500°C e 1600°C.



Fonte: A autora.

Tabela 5 – Comparação entre Al_2O_3 e matriz AZ sinterizadas a 1500°C e 1600°C.

Parâmetros	Matrizes estudadas			
	Al_2O_3 1500°C	AZ 1500°C	Al_2O_3 1600°C	AZ 1600°C
Densidade relativa (%DT)	$97,1^b \pm 0,5$	$92,9^c \pm 0,4$	$98,8^a \pm 0,2$	$97,2^b \pm 0,2$
Tamanho médio de grão (μm)	$1,8^c \pm 0,2$	$1,1^d \pm 0,2$	$4,2^a \pm 0,2$	$2,0^b \pm 0,4$
Dureza Vickers (HV)	$17,2^{bc} \pm 0,2$	$17,3^{ab} \pm 0,3$	$17,0^c \pm 0,3$	$17,8^a \pm 0,4$
Tenacidade à fratura ($\text{MPa.m}^{1/2}$)	$2,3^c \pm 0,3$	$3,7^a \pm 0,1$	$2,8^b \pm 0,2$	$3,8^a \pm 0,1$

* Médias seguidas pela mesma letra, não diferem entre si, teste *Tukey* com 95 % de confiabilidade.

Fonte: A autora.

A Figura 26 (c), referente à amostra de Al_2O_3 sinterizada a 1600°C, revela grãos maiores, com crescimento desordenado e contornos bem definidos. Essa condição pode comprometer as propriedades mecânicas, uma vez que o aumento do tamanho de grão tende a reduzir a dureza e a resistência à fratura do material. Em contraste, a matriz AZ, mostrada na Figura 26 (d), apresenta uma microestrutura mais refinada e homogênea, com grãos menores e distribuição mais regular. Essa diferença evidencia que a combinação de ZrO_2 e MgO foi eficaz no controle do crescimento de grão, mesmo na temperatura mais elevada.

O MgO desempenha um papel importante como inibidor do crescimento de grão da Al_2O_3 . Mesmo em concentrações muito baixas (500 ppm), tende a se localizar nos contornos de grão, atuando como barreira à mobilidade da Al_2O_3 , o que preserva a microestrutura fina e homogênea. Esse mecanismo, já descrito por Maca et al. (2014), é confirmado pelas micrografias e pelos dados obtidos neste estudo, os quais indicam que os grãos da matriz AZ são até 50% menores do que os da Al_2O_3 na mesma condição de sinterização. Essa redução no tamanho de grão resultou em um pequeno aumento da dureza, sem comprometer a tenacidade à fratura.

A adição de ZrO_2 também se mostrou essencial para o aprimoramento da matriz AZ. Sua contribuição ocorre por dois mecanismos principais: (i) promove uma densificação mais eficiente da matriz cerâmica, com redução de porosidade; e (ii)

aumenta a tenacidade à fratura, devido ao fenômeno de transformação de fase tetragonal → monoclínica sob tensões aplicadas. Essa transformação gera uma expansão volumétrica localizada, que atua para dificultar a propagação de trincas. Os resultados experimentais e a literatura, como no estudo de Žmak et al. (2019), corroboram esse comportamento.

A ação combinada do MgO e da ZrO_2 resultou em uma matriz AZ com uma microestrutura mais refinada, dureza adequada e resistência à fratura superior. Mesmo após a sinterização a $1600^\circ C$, a matriz AZ manteve os grãos de Al_2O_3 pequenos e bom desempenho mecânico, superando os resultados obtidos com a Al_2O_3 . Em função desse desempenho melhorado, a matriz AZ foi selecionada como base para o desenvolvimento de compósitos reforçados com nitreto de titânio (TiN), por apresentar um equilíbrio consistente entre propriedades microestruturais e mecânicas.

4.3 DIFRAÇÃO DE RAIOS X DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS

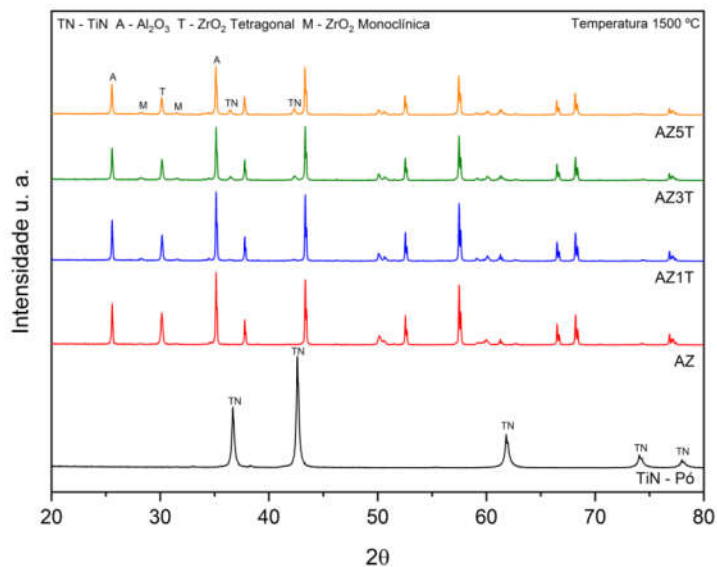
Os resultados da difração de raios X das amostras sinterizadas são apresentadas nas Figuras 27 e 28, respectivamente. Nas figuras também é apresentado a difração de raios X do TiN, para facilitar a análise. Na Figura 27, observa-se a comparação entre o TiN particulado e a matriz AZ, bem como os compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a $1500^\circ C$. Já na Figura 28, essa mesma comparação é realizada para os compósitos sinterizados a $1600^\circ C$.

A análise dos difratogramas mostra que o TiN permanece presente nos compósitos sinterizados, ainda que em menor intensidade no compósito AZ1T, devido à sua baixa concentração. Nos compósitos AZ3T e AZ5T, a presença do reforço é mais evidente em ambas as temperaturas de sinterização, $1500^\circ C$ e $1600^\circ C$. Esses resultados indicam que o processo de sinterização foi eficiente na manutenção da fase de TiN na matriz AZ.

Neste estudo, empregou-se o método de sinterização convencional, utilizando grafite em pó como fase de sacrifício e selagem com pó de Al_2O_3 , o qual se mostrou eficaz. Essa metodologia, conhecida como AGPB (Alumina-Graphite Powder Bath) (Salem et al, 2018; Makireddi; Ghuge; Behera, 2022; Makireddi et al, 2023), tem sido utilizada para minimizar processos de oxidação indesejados. Os

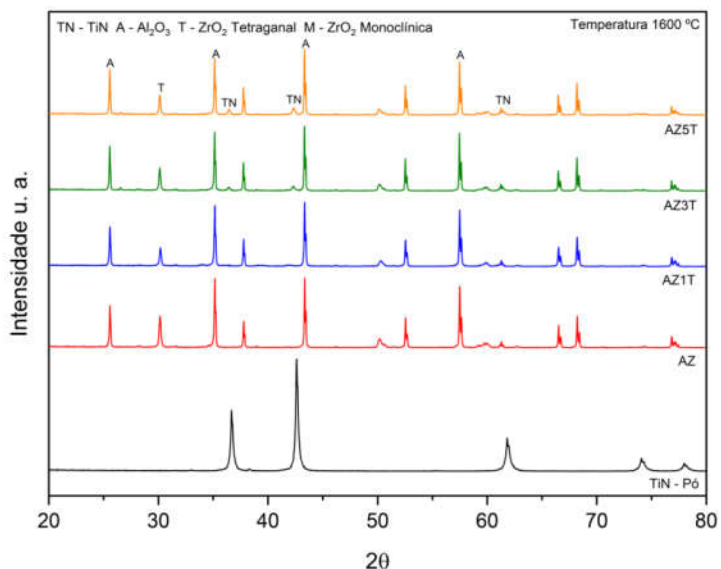
resultados de DRX confirmam a presença das fases Al_2O_3 , ZrO_2 e TiN, sem indícios de oxinitreto de titânio ($\text{TiN}_{0,6}\text{O}_{0,4}$) ou óxido de titânio (TiO_2) (Esaka et al., 1997), o que indica a ausência de oxidação significativa do TiN durante o processo de sinterização.

Figura 27 – Difração de raios X do TiN particulado e dos compósitos AZ, AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C.



Fonte: A autora.

Figura 28 – Difração de raios X do TiN particulado e dos compósitos AZ, AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1600°C.



Fonte: A autora.

4.4 DENSIDADE DOS COMPÓSITOS SINTERIZADOS

A Tabela 6 apresenta os valores de densidade relativa, expressos em porcentagem da densidade teórica, dos compósitos sinterizados convencionalmente, utilizando grafite em pó como fase de sacrifício. Para fins de comparação, também são apresentados os valores de densidade relativa da matriz AZ sem inclusões, sinterizada nas mesmas condições.

Os resultados indicam que todos os compósitos analisados exibiram densidades relativamente elevadas, superiores a 94% da densidade teórica. Contudo, esses valores são inferiores aos obtidos para a matriz AZ sinterizada a 1600°C. Esse comportamento pode ser atribuído à presença das inclusões, que impactam negativamente a sinterabilidade da matriz cerâmica. A redução da densificação em materiais compósitos é amplamente documentada na literatura e decorre das interações físicas entre as inclusões e as partículas da matriz. Tais interações dificultam os mecanismos de transporte de massa responsáveis pela densificação, como a difusão pelo contorno de grão e a difusão em volume, reduzindo a taxa de sinterização e impedindo a obtenção de uma microestrutura mais compacta e densa (Herring, 1950; Coble, 1961; German, 2014).

Observa-se, também, que o aumento da concentração de TiN de 1 para 5% não provocou variações significativas na densidade final dos compósitos cerâmicos. Esse resultado sugere que a presença das inclusões exerce um papel dominante na limitação da densificação, independentemente da sua quantidade dentro da faixa estudada.

Tabela 6 – Densidade relativa dos compósitos sinterizados a 1500°C e 1600°C.

Temperatura de sinterização (°C)	%DT			
	AZ	AZ1T	AZ3T	AZ5T
1500	92,9 ± 0,4 ^d	95,2 ± 0,8 ^{bc}	94,2 ± 0,9 ^{cd}	95,0 ± 0,3 ^{bc}
1600	97,2 ± 0,2 ^a	95,7 ± 0,4 ^b	94,4 ± 0,7 ^c	95,2 ± 0,9 ^{bc}

* Médias seguidas pela mesma letra, não diferem entre si, teste *Tukey* com 95 % de confiabilidade.

Fonte: A autora.

Quanto à temperatura de sinterização, observa-se que o aumento da temperatura influenciou a densificação da matriz AZ. Por outro lado, para as composições contendo TiN, o aumento da temperatura não resultou em ganhos expressivos de densidade. Esse comportamento sugere que a limitação na densificação não está apenas associada à energia térmica disponível, mas sim à natureza das inclusões e sua interação com a matriz cerâmica.

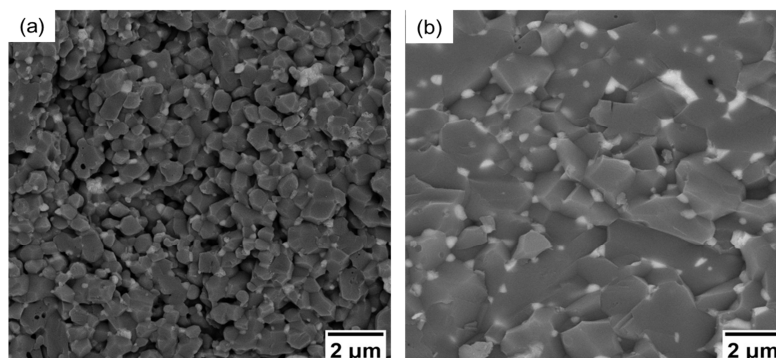
A variação na quantidade de TiN também não promoveu diferenças estatísticas significativas entre as composições reforçadas. Entretanto, destaca-se que, a 1500°C, todas as composições com TiN apresentaram densidade superior à da matriz AZ sem reforço, evidenciando o papel positivo das inclusões na promoção da sinterização a essa temperatura.

Por outro lado, a 1600°C, a matriz AZ apresentou o maior valor de densidade relativa, estatisticamente superior aos demais, inclusive às composições reforçadas com TiN. De forma geral, os dados evidenciam que o aumento da temperatura de sinterização é particularmente benéfico para a matriz AZ sem reforço. Já os compósitos contendo TiN alcançam bons níveis de densificação já a temperatura de 1500°C, demonstrando menor sensibilidade à variação térmica.

4.5 ANÁLISE MICROESTRUTURAL E COMPOSICIONAL POR FEG/EDS

A Figura 29 (a) e (b) mostra as imagens obtidas por MEV/FEG das superfícies fraturadas da matriz AZ, sinterizadas às temperaturas de 1500°C e 1600°C.

Figura 29 – Imagens MEV/FEG das superfícies fraturadas da matriz AZ sinterizada a (a) 1500°C e (b) 1600°C.



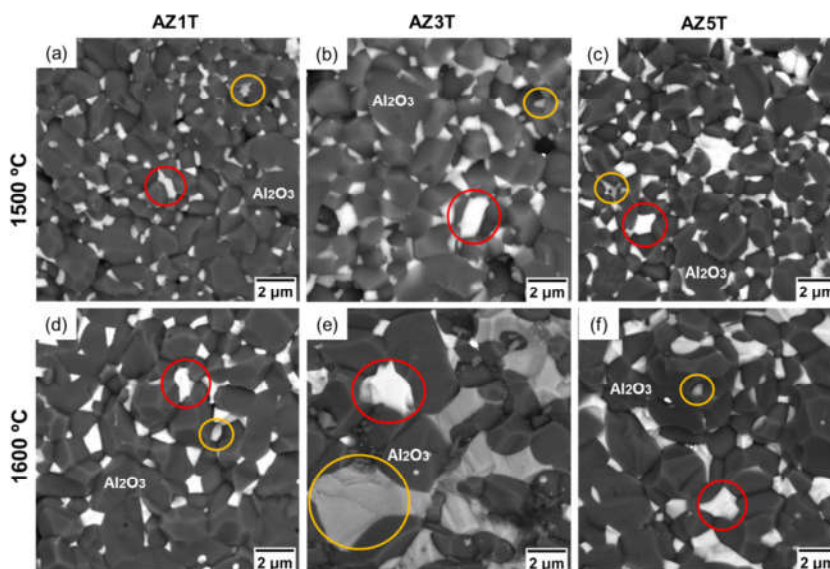
Fonte: A autora.

Observa-se, na Figura 29, uma boa dispersão das partículas de ZrO_2 na matriz de Al_2O_3 , indicando que o processamento utilizado para mistura dos pós cerâmicos precursores foi eficiente. Observa-se também, na Figura 29, que a variação da temperatura de sinterização teve influência direta na densificação e crescimento de grãos da matriz AZ, sendo que a maior temperatura de sinterização 1600°C , apresentou uma microestrutura mais densa e com maior tamanho de grão da Al_2O_3 .

A Figura 30, nas partes (a), (b) e (c), apresenta as imagens obtidas por MEV/FEG das superfícies fraturadas dos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C , respectivamente. Já as partes (d), (e) e (f) da mesma figura mostram as imagens correspondentes dos mesmos compósitos sinterizados a 1600°C .

Nas imagens, é possível identificar as diferentes fases constituintes dos compósitos, sendo que as regiões mais escuras correspondem à matriz de Al_2O_3 , enquanto as áreas cinza, destacadas por círculos laranja, representam a fase de reforço particulado de TiN e as regiões mais claras, marcadas pelos círculos vermelhos, são referentes à inclusão de ZrO_2 . A distinção entre essas fases foi destacada pelo fato de as densidades do ZrO_2 ($6,05 \text{ g/cm}^3$) e do TiN ($5,40 \text{ g/cm}^3$) serem relativamente próximas.

Figura 30 – Imagens de MEV/FEG das superfícies fraturadas dos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C e 1600°C .



Fonte: A autora.

A análise das micrografias mostra que todos os compósitos cerâmicos apresentam microestruturas densas, com distribuição homogênea das fases e crescimento controlado dos grãos de Al_2O_3 . Nota-se ainda um aumento na quantidade de regiões cinza, correspondentes ao TiN, conforme cresce sua fração volumétrica no compósito. Esse comportamento sugere que o processamento adotado para a fabricação dos compósitos cerâmicos foi eficiente na dispersão das partículas de TiN na matriz AZ, garantindo uma distribuição uniforme do reforço. Essa homogeneidade microestrutural é um fator essencial para o desempenho mecânico do material, pois contribui para a melhoria da resistência mecânica e tenacidade à fratura dos compósitos (Ostrovoy et al, 1998; Azhar et al, 2011; Maca et al, 2014).

A Tabela 7 apresenta o tamanho médio dos grãos da Al_2O_3 na matriz AZ e nos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados nas temperaturas de 1500°C e 1600°C.

Tabela 7 – Tamanho médio de grão (μm) da Al_2O_3 na matriz AZ e nos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.

Tamanho médio de grão (μm)				
Temperatura (°C)	AZ	AZ1T	AZ3T	AZ5T
1500	$1,1 \pm 0,2^e$	$1,7 \pm 0,4^d$	$1,8 \pm 0,4^{cd}$	$1,6 \pm 0,3^d$
1600	$2,0 \pm 0,4^{bc}$	$2,5 \pm 0,7^a$	$2,6 \pm 0,6^a$	$2,1 \pm 0,5^b$

* Médias seguidas pela mesma letra, não diferem entre si, teste *Tukey* com 95 % de confiabilidade.

Fonte: A autora.

De forma geral, os resultados do teste de *Tukey* confirmam que a temperatura de sinterização exerce uma influência significativa sobre o crescimento dos grãos de Al_2O_3 , especialmente no aumento de temperatura de 1500°C para 1600°C.

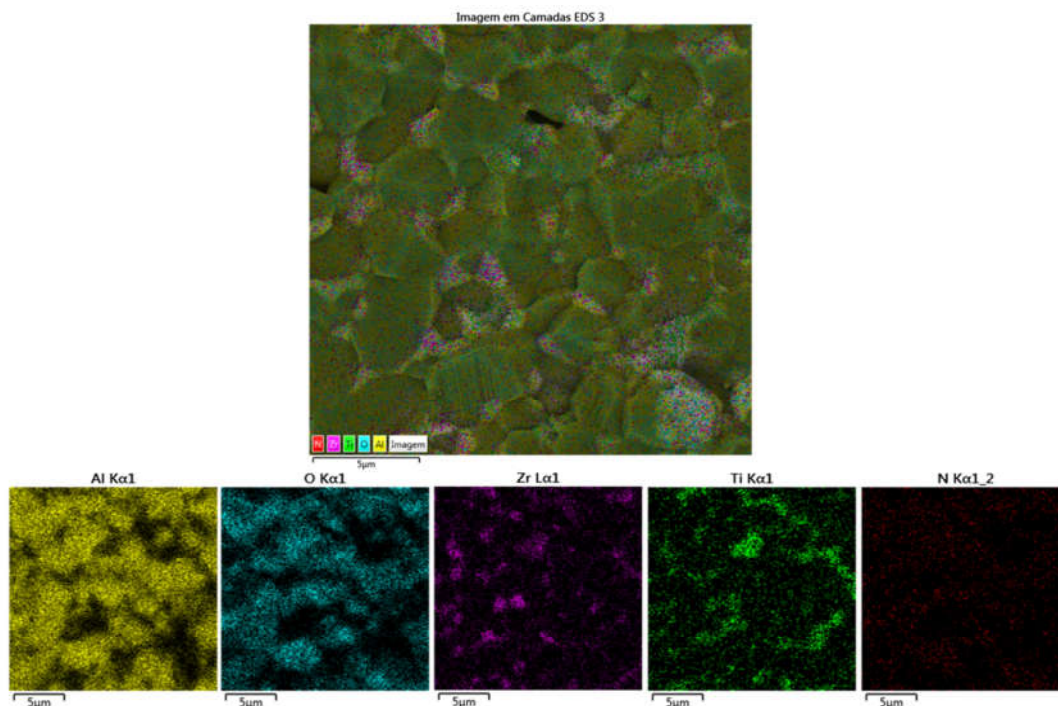
À temperatura de 1500°C, a variação na porcentagem de TiN não promoveu diferenças estatísticas significativas entre as composições reforçadas, embora todas tenham apresentado crescimento de grão superior em relação à matriz.

Esse comportamento também foi observado à temperatura de 1600°C, com exceção da composição AZ5T, que manteve um tamanho médio de grão

estatisticamente igual ao da matriz, sugerindo maior adição de reforço não impactou no crescimento de grão da Al_2O_3 .

A análise dos elementos químicos do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1500°C , realizada por espectroscopia por dispersão de energia (EDS) por meio do mapeamento da superfície fraturada é apresentada na Figura 31, e confirma a presença dos elementos constituintes do material: alumínio (Al) e oxigênio (O), característicos da matriz de Al_2O_3 , além de zircônio (Zr), titânio (Ti) e nitrogênio (N), provenientes das fases adicionadas de ZrO_2 e TiN . Esses resultados validam a composição projetada para os compósitos cerâmicos e demonstram a adequada distribuição dos elementos ao longo da microestrutura, indicando um processamento eficiente e uma distribuição homogênea dos reforços na matriz cerâmica.

Figura 31 – Mapeamento por EDS do compósito AZ5T sinterizado a 1600°C , evidenciando a distribuição homogênea dos elementos Al, O, Zr, Ti e N na microestrutura.



Fonte: A autora.

A porcentagem dos elementos no mapeamento por EDS das superfícies fraturadas, apresentados na Tabela 8, confirmam a presença das inclusões de TiN adicionadas como fase de reforço particulado nos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1600°C . Essa análise colabora para avaliar a

estabilidade do TiN, uma vez que havia a possibilidade de sua oxidação durante a sinterização. Os resultados indicam que as quantidades de TiN permaneceram próximas às frações volumétricas iniciais das composições preparadas, demonstrando a eficiência do processamento empregado. Os espectros obtidos por EDS mostram os valores dos elementos em peso, enquanto a adição do TiN foi realizada em frações volumétricas. Os compósitos contendo 1%, 3% e 5% de TiN em volume apresentam, quando convertidos para porcentagem em peso, valores de aproximadamente 1,36%, 4% e 6,65%, respectivamente, distribuídos na matriz AZ. Esses resultados mostram que o processo de sinterização adotado preservou a integridade da fase de reforço TiN, sem indícios significativos de oxidação.

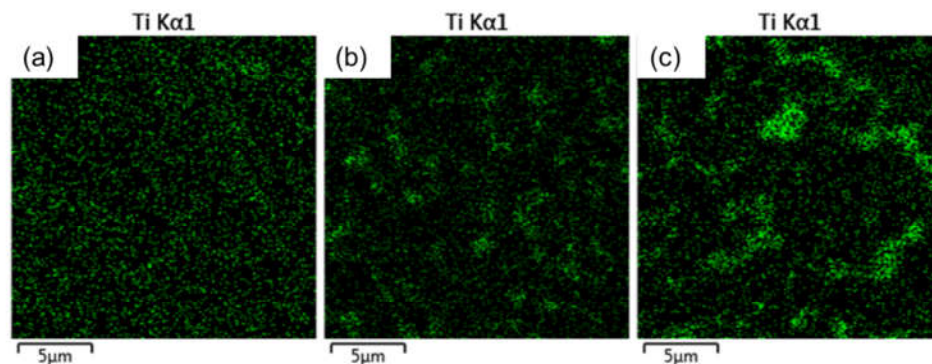
Tabela 8 – Porcentagem em peso para os compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1600°C.

Elemento	AZ1T		AZ3T		AZ5T	
	% peso	<i>Sigma</i>	% peso	<i>Sigma</i>	% peso	<i>Sigma</i>
Al	48,06	0,21	48,52	0,27	45,21	0,30
O	45,12	0,23	43,37	0,28	44,43	0,34
Zr	5,75	0,22	4,89	0,27	5,17	0,30
Ti	1,08	0,06	3,22	0,10	5,20	0,13

Fonte: A autora.

O mapeamento por EDS da fase de TiN, apresentado na Figura 32, permite comparar a distribuição do reforço particulado de TiN (representadas pelos pontos verdes) nos compósitos cerâmicos mostrados AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1600°C. A análise evidencia um aumento progressivo da quantidade de TiN conforme a fração volumétrica dessa fase é incrementada nas diferentes composições, confirmando a relação direta entre a quantidade de reforço adicionada e sua presença na microestrutura final. Além disso, os mapeamentos indicam que a dispersão do TiN na matriz AZ foi relativamente eficiente, sem sinais significativos de aglomeração ou segregação, demonstrando a adequação do processamento empregado e a estabilidade das partículas de reforço de TiN mesmo após a sinterização a alta temperatura.

Figura 32 – Mapeamento dos compósitos: (a) AZ1T, (b) AZ3T e (c) AZ5T, sinterizados 1600°C.



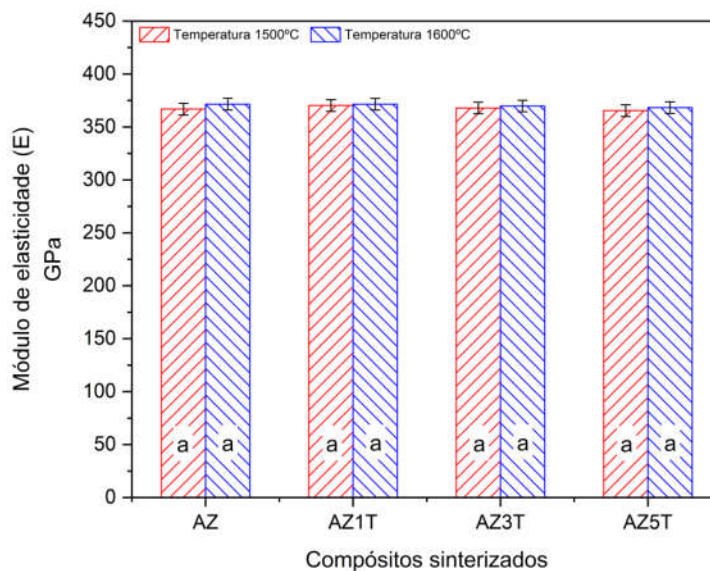
Fonte: A autora.

4.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS

4.6.1 Módulo de elasticidade (E)

A Figura 33 apresenta os resultados experimentais do módulo de elasticidade para a matriz AZ e para os compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados nas temperaturas de 1500°C e 1600°C.

Figura 33 – Módulo de elasticidade (E) da matriz AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.



Fonte: A autora.

Os resultados obtidos indicam que o módulo de elasticidade dos compósitos cerâmicos com matriz AZ e reforçados com TiN, não apresentam variação estatisticamente significativa com a adição de TiN. Os valores obtidos estão compatíveis com a faixa encontrada na literatura para materiais cerâmicos densificados com matriz predominante de Al_2O_3 (Ostrovoy et al, 1998; Gommeringer; Kern, 2020).

Ao comparar esses resultados com os dados da literatura, observa-se compatibilidade, porém segundo o estudo de Kuwahara et al. (2001), o módulo de elasticidade máximo para cerâmicas de TiN sinterizadas a granel, ou seja, somente o pó puro de TiN sem adição de outro componente e sinterizado por prensagem a quente, atingiu resultados de aproximadamente 430 GPa, associado a densidades relativas de até 97%DT. Nesse estudo, o módulo elástico aumentou proporcionalmente à densidade das amostras estudadas, mostrando a influência da porosidade sobre essa propriedade. No presente trabalho, os valores do módulo elástico dos compósitos AZ reforçados com TiN ficaram próximos aos valores encontrados na literatura, o que era esperado, dado que a matriz cerâmica é composta majoritariamente por Al_2O_3 e a quantidade de TiN foi relativamente pequena (1 a 5% em volume), limitando o impacto sobre a rigidez total dos compósitos.

A comparação com os dados de Kern e Lawitzki (2022), que investigaram compósitos de Al_2O_3 contendo 10% em volume de ZrO_2 , confirma a tendência de módulos de elasticidade na faixa de 350 a 400 GPa para compósitos de matriz predominantemente de Al_2O_3 , como amplamente relatado na literatura. Esses autores obtiveram valores em torno de 370 GPa para todos os compósitos analisados em seus estudos. Tal comportamento foi atribuído à excelente densificação das amostras, que alcançaram mais de 99,7% da densidade teórica, indicando que a adição de fases secundárias, como ZrO_2 ou TiN, em pequenas quantidades, não altera de forma significativa o módulo elástico da matriz de Al_2O_3 .

A análise dos resultados, em associação com os dados da Tabela 6, demonstra que as variações no módulo de elasticidade acompanham, ainda que sutilmente, as diferenças de densidade aparente dos compósitos. Isso mostra que a porosidade residual exerce papel determinante sobre a rigidez dos compósitos cerâmicos. Pequenas quantidades de TiN, como nos compósitos AZ1T e AZ3T, podem favorecer a densificação e reduzir a porosidade, mas, ao se ultrapassar

determinado limite, como no caso do AZ5T, o efeito inverso é observado, com aumento da porosidade e consequente redução do módulo elástico. A correlação direta entre densidade e módulo de elasticidade, também observada por Kuwahara et al. (2001), reforça essa interpretação.

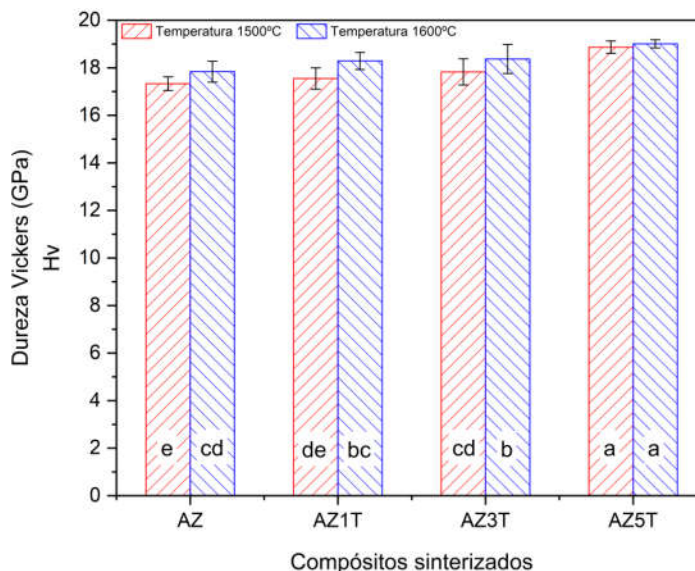
Portanto, os dados obtidos indicam que a porosidade é o principal fator de influência sobre o módulo de elasticidade dos materiais cerâmicos, mais relevante, inclusive, do que a adição de inclusões de TiN. Os valores registrados estão de acordo com os relatados na literatura para compósitos cerâmicos densificados, mostrando que as diferenças entre as amostras analisadas decorrem, predominantemente, das variações microestruturais, especialmente no que diz respeito ao grau de densificação, e não apenas da composição química.

4.6.2 Dureza Vickers (Hv)

A Figura 34 apresenta os resultados da dureza Vickers (Hv) para a matriz AZ e para os compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C. Os dados permitem avaliar a influência da temperatura de sinterização e da adição de TiN sobre essa propriedade, fundamental para aplicações que exigem alta resistência ao desgaste.

Observa-se um comportamento crescente da dureza com o aumento do teor de TiN em volume, tanto a 1500°C quanto a 1600°C, indicando que o reforço particulado exerce papel importante no endurecimento do material.

Figura 34 – Dureza Vickers (Hv) da matriz cerâmica AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.



Fonte: A autora.

Os resultados do teste de Tukey evidenciam que tanto o aumento da temperatura de sinterização quanto a quantidade de TiN adicionada influenciaram a dureza Vickers. A matriz AZ apresentou dureza superior quando sinterizada a 1600°C, indicando o efeito positivo da maior densificação sobre essa propriedade.

A adição de 3% e 5% em volume de TiN a 1500°C promoveu aumento estatisticamente significativo da dureza em relação à matriz cerâmica. Em contrapartida, a adição de apenas 1% de TiN não resultou em ganho expressivo de dureza, sobretudo a 1500°C.

O melhor desempenho foi observado na amostra AZ5T sinterizada a 1600°C, que obteve a maior dureza entre todas as composições, com diferença estatística clara em relação às demais.

Com a incorporação de 1% de TiN (AZ1T), a dureza aumentou para 17,55 GPa a 1500°C e 18,29 GPa a 1600°C. À medida que a quantidade de TiN cresceu, os ganhos de dureza tornaram-se mais evidentes:

- AZ3T (3% TiN) apresentou 17,83 GPa a 1500 °C e 18,37 GPa a 1600°C;
- AZ5T (5% TiN) atingiu 18,87 GPa a 1500 °C e 19,01 GPa a 1600°C.

O aumento da dureza Vickers pode ser atribuído à elevada dureza intrínseca do TiN, cujos valores, segundo a literatura, situam-se entre 20 e 26 GPa (Rak; Czechowski, 1997; Kuwahara et al., 2001; Li; Gao; Guo, 2006; Krafka et al., 2023).

Além de sua alta dureza, o TiN contribui para o endurecimento do compósito devido à sua estabilidade térmica e estrutura cristalina cúbica. As partículas de TiN atuam como barreiras microestruturais, dificultando a propagação de trincas e o movimento de defeitos internos, o que aumenta a resistência à deformação e, consequentemente, a dureza do material. Por outro lado, embora o TiN favoreça o endurecimento, sua adição não contribui diretamente para o aumento da densificação. Estudos como o de Rak e Czechowski (1997) relatam que o TiN pode até reduzir a densidade final dos compósitos em comparação à alumina pura, especialmente em sinterizações a temperaturas elevadas. Isso ocorre porque o TiN é uma fase refratária e quimicamente inerte, com baixa sinterabilidade, dificultando a consolidação total do material. Contudo, mesmo com pequena redução da densidade, os ganhos em dureza são mantidos, pois o TiN atua como reforço estrutural ao impedir a propagação de falhas e deformações plásticas localizadas.

Outro fator que contribuiu para o aumento da dureza foi o aumento da temperatura de sinterização de 1500°C para 1600°C, o que beneficiou todos os compósitos analisados. Esse efeito decorre da maior densificação obtida a 1600°C, que reduz a porosidade residual. Esse ganho foi ainda mais expressivo nas amostras com maior quantidade de TiN, indicando que a sinterização a 1600°C potencializa os efeitos positivos desse reforço particulado.

O comportamento é compatível com tendências reportadas na literatura. Rak e Czechowski (1997) observaram durezas em torno de 18,4 GPa em compósitos Al_2O_3 -TiN com até 25% de TiN, indicando um ponto de saturação, além do qual o aumento da quantidade de reforço não gera ganhos adicionais de dureza. Kuwahara et al. (2001) relataram dureza de 20,12 GPa para cerâmicas monofásicas de TiN, valor próximo ao limite teórico para esse material. Portanto, considerando a baixa quantidade de TiN adicionado nesta pesquisa, é natural que os valores obtidos fiquem abaixo desse limite, porém superiores aos da matriz AZ, validando a eficácia do reforço.

Krafka et al. (2023) reportaram nanodureza de até 26,2 GPa em filmes finos de TiN produzidos por Arc-PVD. Embora esses valores não sejam diretamente comparáveis aos de compósitos volumétricos sinterizados, reforçam o alto potencial do TiN como material de reforço para cerâmicas. Li et al. (2003) investigaram compósitos Al_2O_3 -TiN preparados por prensagem a quente, com teores de TiN entre

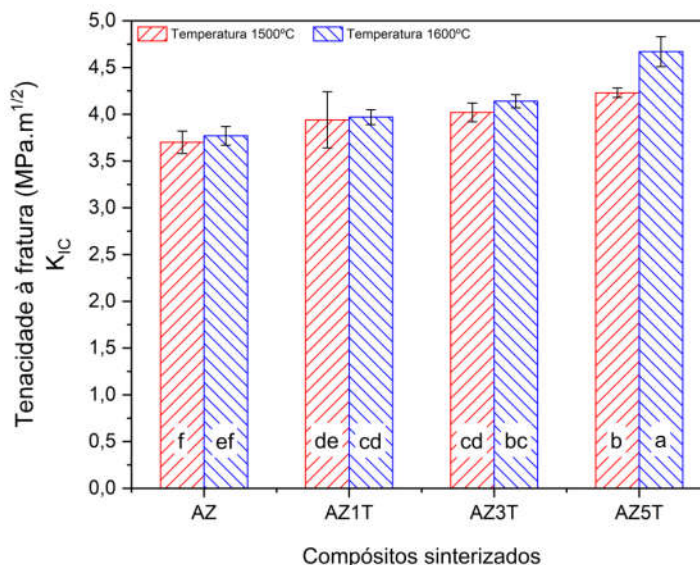
5% e 25%, e relataram dureza constante em torno de 19 GPa, indicando uma estabilização dessa propriedade.

Outro estudo relevante é o de Gommeringer e Kern (2020), que analisou compósitos com 10% de ZrO_2 e 28% de TiN de matriz Al_2O_3 , obtendo durezas entre 17 e 18 GPa, inferiores às registradas nesta pesquisa, mesmo com menor quantidade de TiN. Isso evidencia que, além da quantidade de reforço, fatores como distribuição, dispersão e grau de sinterização são determinantes. A sinterização a 1600°C, utilizada neste trabalho, mostrou-se particularmente eficaz para potencializar os efeitos do TiN.

4.6.3 Tenacidade à fratura por indentação

A tenacidade à fratura por indentação é uma das propriedades mecânicas mais desafiadoras no desenvolvimento de materiais cerâmicos avançados, principalmente para aplicações estruturais em que a resistência ao crescimento de trincas é um requisito fundamental. Os resultados obtidos neste estudo estão apresentados na Figura 35 e mostra que a incorporação do reforço particulado de TiN à matriz AZ colaborou no aumento da tenacidade à fratura dos compósitos cerâmicos analisados. Esse efeito está associado à atuação de diferentes mecanismos de aumento de tenacidade ativados pela presença conjunta da ZrO_2 e do TiN, os quais contribuem de maneira complementar para dificultar a propagação de trincas.

Figura 35 – Tenacidade à fratura por indentação (K_{IC}) da matriz AZ e dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.



Fonte: A autora.

O TiN introduz mecanismos adicionais que favorecem o aumento da resistência à fratura, destacando-se entre eles a deflexão de trincas. Nesse mecanismo, as partículas de TiN, assim como as partículas de ZrO₂, funcionam como barreiras físicas que desviam o trajeto das trincas, elevando o consumo de energia necessário para sua propagação. Além disso, o TiN pode favorecer o mecanismo de ponte de trincas, no qual partículas do reforço atuam unindo as faces da trinca, retardando seu crescimento e contribuindo para o aumento da resistência global do compósito, conforme já descrito na literatura por Rak e Czechowski (1997) e por Hirota e colaboradores (2011).

Os resultados do teste de Tukey apontaram que a adição de TiN contribuiu de maneira significativa para o aumento da tenacidade à fratura em comparação à matriz AZ sem reforço. Por outro lado, a variação da temperatura de sinterização, de 1500°C para 1600°C, não apresentou influência estatisticamente significativa na matriz AZ, nem nas composições reforçadas com TiN, com exceção da amostra AZ5T.

Ainda segundo o teste estatístico, a diferença entre as quantidades de 1% e 3% de TiN não foi estatisticamente significativa quanto à tenacidade. O maior destaque foi observado na composição com 5% de TiN, que atingiu 4,67 MPa.m^{1/2}, o maior valor registrado entre todos os compósitos avaliados.

A análise geral dos resultados confirma que a combinação entre os efeitos da transformação martensítica da ZrO_2 e os mecanismos de deflexão e ponte de trincas induzidos pelo TiN é fundamental para o aumento da tenacidade dos compósitos desenvolvidos nesta pesquisa. Esse comportamento destaca a importância da escolha criteriosa das fases constituintes e da otimização dos parâmetros de sinterização como estratégias eficientes para aprimorar o desempenho mecânico de cerâmicas avançadas, especialmente em aplicações que exigem alta resistência mecânica e durabilidade, conforme apontado por Szutkowska e colaboradores (2019) e Gommeringer e Kern (2020).

De forma geral, os dados obtidos indicam que a combinação de quantidades mais elevadas de TiN, especialmente na ordem de 5%, com sinterização a temperaturas elevadas representa a estratégia mais eficaz para o aumento da tenacidade à fratura dos compósitos cerâmicos estudados.

A comparação desses resultados com dados da literatura permite identificar pontos de concordância e de destaque em relação aos compósitos desenvolvidos nesta pesquisa. Szutkowska e colaboradores (2019) relataram valores de tenacidade à fratura por indentação próximos de $6,0 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ para compósitos $Al_2O_3-ZrO_2$ reforçados com TiC e TiN, sinterizados por Spark Plasma Sintering (SPS), enquanto compósitos contendo apenas TiN apresentaram valores em torno de $4,4 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Tais resultados são próximos aos obtidos nesta pesquisa, principalmente para os compósitos com maior quantidade de TiN, que chegaram a $4,67 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, mesmo utilizando sinterização convencional.

De maneira semelhante, Rak e Czechowski (1997) demonstraram que compósitos Al_2O_3 com 15 a 20% em volume de TiN atingiram valores de tenacidade à fratura em torno de $5,2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, a partir de uma matriz Al_2O_3 pura com $4,6 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Apesar de as quantidades de TiN serem significativamente superiores às utilizadas neste estudo, os compósitos AZ reforçados com apenas 5% em volume de TiN apresentaram desempenho semelhante, o que demonstra boa eficiência microestrutural no sistema desenvolvido.

No estudo de Hirota e colaboradores (2011), os compósitos Al_2O_3-TiN apresentaram aumento da tenacidade à fratura de 3,8 para $4,5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ com apenas 5% de TiN, valor muito próximo ao obtido para o compósito AZ5T nesta pesquisa, confirmando que pequenas adições de TiN são suficientes para promover

melhorias relevantes nas propriedades mecânicas. Além disso, Ostrovoy e colaboradores (1998) destacaram a eficácia da adição de TiN na melhoria da tenacidade à fratura de cerâmicas $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, inclusive em condições de alta temperatura. No estudo em questão, o processo de sinterização foi realizado por prensagem a quente, a 1600°C sob pressão de 25 MPa durante 1 hora, resultando em tenacidade entre 4,5 e 6,0 $\text{MPa.m}^{1/2}$.

Os resultados desta pesquisa também podem ser comparados com os obtidos por Gommeringer e Kern (2020), que desenvolveram um compósito de Al_2O_3 com 10% de ZrO_2 não estabilizada e 28% de TiN, processado por prensagem a quente. Esse material apresentou tenacidade à fratura entre 4,5 e 5,0 $\text{MPa.m}^{1/2}$, faixa equivalente à registrada para o compósito AZ5T desta pesquisa.

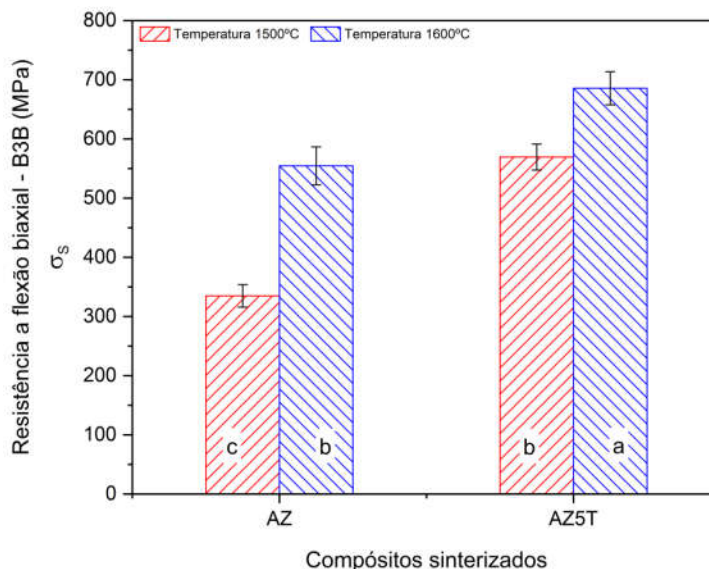
Portanto, ao comparar os resultados obtidos nesta pesquisa com os dados disponíveis na literatura, observa-se que os compósitos AZ reforçados com TiN apresentaram desempenho satisfatório, mesmo em comparação a materiais com maiores quantidades de reforço ou processados por técnicas avançadas como o SPS, demonstrando o potencial do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2\text{-TiN}$ como alternativa viável para aplicações estruturais que demandam alta resistência mecânica e maior tenacidade à fratura.

4.6.4 Resistência à flexão biaxial – B3B

A resistência à flexão biaxial dos compósitos cerâmicos desenvolvidos nesta pesquisa foi avaliada por meio do ensaio esfera sobre três esferas (B3B), técnica amplamente reconhecida pela sua precisão na caracterização de materiais cerâmicos frágeis.

A Figura 36 apresenta os resultados obtidos para duas amostras: a matriz cerâmica AZ e o compósito AZ5T. A escolha dessas duas amostras para o ensaio B3B teve como objetivo validar a eficiência do TiN como reforço mecânico da matriz cerâmica. Além disso, as amostras foram sinterizadas em duas temperaturas distintas, 1500°C e 1600°C , permitindo a avaliação da influência da temperatura no desempenho mecânico dos materiais.

Figura 36 – Resistência à flexão biaxial – B3B da matriz cerâmica AZ e do compósito AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C.



Fonte: A autora.

Os resultados apresentados na Figura 36 evidenciam o efeito positivo tanto da adição de TiN quanto do aumento da temperatura de sinterização. A matriz AZ apresentou resistência à flexão de aproximadamente 340 MPa quando sinterizada a 1500°C, valor que se elevou para cerca de 560 MPa a 1600°C, demonstrando o impacto da maior densificação e redução de porosidade nessa temperatura. Já o compósito AZ5T, com 5% de TiN, exibiu desempenho superior em ambas as condições, atingindo aproximadamente 550 MPa a 1500°C e cerca de 685 MPa a 1600°C. Esses dados indicam que o reforço particulado de TiN contribui diretamente para o aumento da resistência, tornando o material mais capaz de suportar tensões antes da fratura. Os resultados obtidos foram submetidos à análise estatística pelo teste de Tukey, que confirmou, com 95% de confiança, que as diferenças observadas entre as amostras são estatisticamente significativas. Em especial, o aumento da resistência à flexão associado à adição de TiN e à sinterização a 1600°C foi validado estatisticamente, reforçando a confiabilidade dos resultados apresentados.

A diferença de desempenho entre as amostras torna-se ainda mais expressiva a 1600°C, em que o ganho de resistência no compósito AZ5T, em comparação à matriz AZ, ultrapassa 120 MPa. Esse comportamento reforça que a sinterização em temperatura elevada não apenas promove maior densificação e

redução da porosidade, mas também potencializa os efeitos do reforço de TiN, conforme já relatado na literatura por Ostrovoy e colaboradores (1998) e por Gommeringer e Kern (2020).

Os dados obtidos também foram comparados a resultados da literatura. Liu e colaboradores (2020) reportaram resistência à flexão de até 702 MPa em compósitos laminados $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrB}_2\text{--MgO}$ e $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiN--MgO}$, utilizando ensaio de flexão em três pontos. Apesar do valor elevado, esse método é mais sensível a falhas de superfície do que o B3B, utilizado nesta pesquisa. O bom desempenho desses laminados é atribuído a uma microestrutura otimizada e à presença de tensões residuais compressivas, que favorecem a deflexão e bifurcação de trincas, mecanismos similares aos ativados pela adição de TiN nos compósitos AZ5T.

Por outro lado, Liu Q. e colaboradores (2018), ao estudar compósitos TiN–Ti/ Al_2O_3 com 20% em volume de TiN preparados por prensagem a quente, obtiveram resistência máxima de 321,55 MPa a 1500°C, valor inferior ao obtido nesta pesquisa, mesmo considerando a menor quantidade de reforço. Essa diferença pode ser atribuída à maior complexidade do sistema multifásico, à presença de titânio metálico, à formação de fases frágeis como AlTi_3N , além de condições de sinterização menos favoráveis.

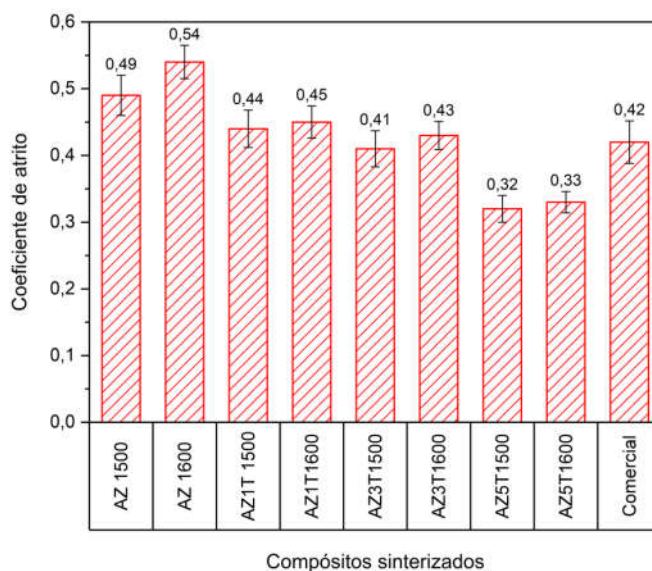
Ostrovoy e colaboradores (1998) relataram resistência à flexão superior a 600 MPa em compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2\text{--TiN}$ com 23% em peso de TiN, ensaiados por flexão uniaxial de três e quatro pontos. Embora parte do bom desempenho esteja associada a elevada quantidade de ZrO_2 estabilizado por Y_2O_3 , que favorece o mecanismo de transformação induzida por tensão ($t \rightarrow m$), o papel do TiN disperso na matriz cerâmica também promoveu mecanismos de endurecimento e tenacificação que também foi determinante, corroborando os resultados obtidos na presente pesquisa.

De maneira semelhante, Gommeringer e Kern (2020) desenvolveram compósitos ZTA–TiN contendo 28% de TiN e 10% de ZrO_2 , sinterizados a 1550°C, que atingiram resistência à flexão de até 734 MPa em ensaios de flexão em quatro pontos. Embora o método de quatro pontos possa superestimar os valores de resistência em comparação ao B3B, os resultados obtidos nesta pesquisa são competitivos, mesmo com menor quantidade de reforço, o que evidencia a eficiência da microestrutura e do processamento adotados.

4.7 ANÁLISES DE DESGASTE E TOPOGRAFIA DAS TRILHAS

A Figura 37 apresenta os valores do coeficiente de atrito da matriz AZ e dos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T sinterizados a 1500°C e 1600°C, além da amostra comercial de referência. Os resultados evidenciam a influência da temperatura de sinterização e da adição de TiN no comportamento tribológico dos materiais.

Figura 37 – Coeficiente de atrito da matriz cerâmica AZ, dos compósitos AZ1T, AZ3T e AZ5T, sinterizados a 1500°C e 1600°C, e da amostra comercial.



Fonte: A autora.

A matriz AZ sinterizada a 1600°C apresentou um coeficiente de atrito mais elevado, atingindo 0,54, enquanto a mesma matriz sinterizada a 1500°C registrou um valor inferior, de 0,49. Esse aumento indica que o aumento da temperatura de sinterização tem um impacto direto na resistência ao deslizamento, tornando a superfície do material mais suscetível à fricção. Esse comportamento pode ser atribuído a diferentes mecanismos que ocorrem durante o processo de sinterização e influenciam a interação entre as superfícies em contato (Krafka et al, 2023).

Um dos fatores determinantes para esse aumento está relacionado à preparação das amostras. A sinterização em temperaturas mais elevadas melhora a densificação da matriz cerâmica, tornando o material mais resistente e duro. No entanto, essa maior dureza dificulta o polimento, tornando o acabamento superficial

mais desafiador. Mesmo quando o processo de preparação é controlado e os valores de rugosidade estão dentro dos limites especificados pela norma ASTM G99-17 (2017), pequenas irregularidades podem permanecer na superfície. Essas variações microscópicas criam zonas de atrito localizado, onde a resistência ao deslizamento é maior, contribuindo para o aumento do coeficiente de atrito.

Outro fator relevante é a formação de partículas abrasivas durante o contato mecânico. Durante o ensaio de desgaste, pequenos fragmentos do próprio material podem se soltar e atuar como intermediários entre as superfícies em atrito. Essas partículas funcionam como microabrasivos, intensificando a fricção e dificultando um deslizamento uniforme. Esse efeito é ainda mais significativo devido à presença de zircônia na composição da matriz. Sob estresse mecânico, a zircônia pode sofrer fragmentação, gerando microdeformações na superfície cerâmica. Essas deformações aumentam a resistência ao movimento e, conseqüentemente, elevam o coeficiente de atrito (Krafka et al, 2023).

Além disso, reações triboquímicas também podem influenciar esse comportamento. Durante o contato contínuo entre as superfícies, podem ocorrer interações químicas na camada superficial do material, promovendo a formação de filmes tribológicos que alteram a resposta ao deslizamento. Essas camadas podem causar adesão temporária entre as superfícies em contato, dificultando ainda mais o movimento e aumentando a resistência ao deslizamento (Meena; Vidyasagar; Benny Karunakar, 2022).

Portanto, o aumento do coeficiente de atrito na matriz AZ sinterizada a 1600°C é resultado de um conjunto de fatores interligados, incluindo a dificuldade no acabamento superficial, a formação de partículas abrasivas durante o desgaste, a fragmentação da zircônia e os efeitos triboquímicos. Esse comportamento pode ser desvantajoso para aplicações que exigem baixo atrito, mas pode ser benéfico em contextos como em revestimentos protetores e componentes sujeitos a condições severas de operação (Bayer, 2004; Bhushan, 2013; Meena; Vidyasagar; Benny Karunakar, 2022; Krafka et al, 2023).

Para os compósitos cerâmicos com adição do reforço particulado de TiN, nota-se que o coeficiente de atrito diminui à medida que a quantidade de TiN aumenta. O compósito AZ1T sinterizado a temperatura de 1500°C apresentou um coeficiente de 0,44, enquanto o AZ5T na mesma temperatura, e com maior quantidade de TiN, obteve o menor valor entre todos os materiais testados: 0,32. O

mesmo comportamento é observado para os compósitos sinterizados a 1600°C, onde o AZ1T sinterizado na temperatura de 1600°C apresentou um coeficiente de 0,45, enquanto o AZ5T1600 registrou 0,33. Esse fenômeno pode ser explicado pelo efeito lubrificante do TiN, que reduz a resistência ao deslizamento na interface de contato. Além disso, o TiN pode melhorar a integridade estrutural da superfície, reduzindo o desprendimento de partículas e, conseqüentemente, minimizando o desgaste abrasivo (Bayer, 2004; Bhushan, 2013; Krafka et al, 2023).

A amostra comercial utilizada como referência apresentou um coeficiente de atrito de 0,42, situando-se dentro da faixa observada para os compósitos desenvolvidos neste estudo. Isso indica que os materiais sinterizados, especialmente aqueles com adição de TiN, possuem desempenho competitivo em relação aos materiais comerciais disponíveis, podendo ser considerados promissores para aplicações que exigem menor atrito.

No entanto, a incorporação de TiN apresenta um efeito positivo, reduzindo o coeficiente de atrito e melhorando a resposta ao desgaste dos compósitos. Esses resultados estão em concordância com a literatura, que destaca a dureza e a densidade dos materiais como fatores fundamentais para a sua resistência ao desgaste (Santecchia et al, 2015; Yan et al, 2018; Kara et al, 2019). Os compósitos estudados apresentam propriedades ajustáveis de acordo com a temperatura de sinterização e a quantidade de reforço, permitindo sua adequação para aplicações específicas que demandam resistência ao atrito e ao desgaste.

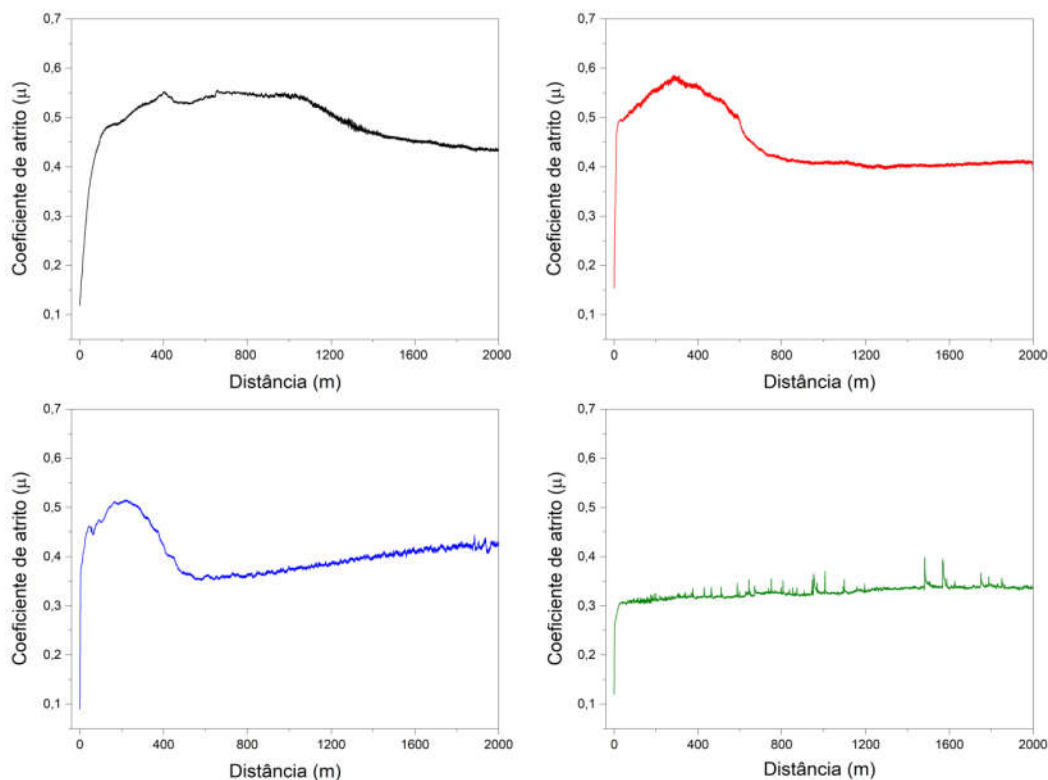
Um aspecto relevante observado nos resultados é que, mesmo com a elevação da temperatura de sinterização de 1500°C para 1600°C, os valores do coeficiente de atrito não apresentaram diferenças significativas. Esse comportamento sugere que o TiN permaneceu estável nos compósitos cerâmicos estudados, sem sofrer oxidação durante o processo de sinterização, o que foi confirmado pelos resultados obtidos na difração de raios X (DRX). A ausência de fases oxidadas de TiN reforça a sua eficiência como redutor do coeficiente de atrito (Santecchia et al, 2015; Yan et al, 2018).

Os resultados indicam que o compósito AZ5T apresenta um coeficiente de atrito inferior ao da ferramenta comercial, sugerindo potencial para aplicação em usinagem. Além disso, ao analisar os compósitos sinterizados a 1500°C e 1600°C, observa-se que as diferenças nos valores médios do coeficiente de atrito são pouco

expressivas, indicando que a variação na temperatura de sinterização não influencia significativamente essa propriedade.

A Figura 38 apresenta as curvas de coeficiente de atrito obtidas durante os ensaios de desgaste, permitindo a análise comparativa entre a matriz AZ e seus compósitos cerâmicos reforçados com a adição TiN, todos sinterizados a 1500°C. Na Figura 38 (a), observa-se o comportamento da matriz AZ ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$) sem adição de reforço, enquanto as Figuras 38 (b), (c) e (d) ilustram, respectivamente, as curvas de coeficiente de atrito dos compósitos cerâmicos AZ1T, AZ3T e AZ5T. Os resultados indicam que a matriz AZ apresenta os maiores valores de coeficiente de atrito ao longo do ensaio, evidenciando que a incorporação de TiN reduz o coeficiente de atrito. Esse efeito pode ser atribuído à modificação da microestrutura e das características tribológicas do material, favorecendo uma menor resistência ao deslizamento e, conseqüentemente, uma redução do desgaste através da adição de TiN na matriz AZ (Bayer, 2004; Bhushan, 2013; Krafka et al, 2023).

Figura 38 – Curvas de coeficiente de atrito, onde (a) matriz cerâmica AZ, (b) compósito AZ1T, (c) compósito AZ3T e (d) compósito AZ5T, sinterizados a 1500°C.



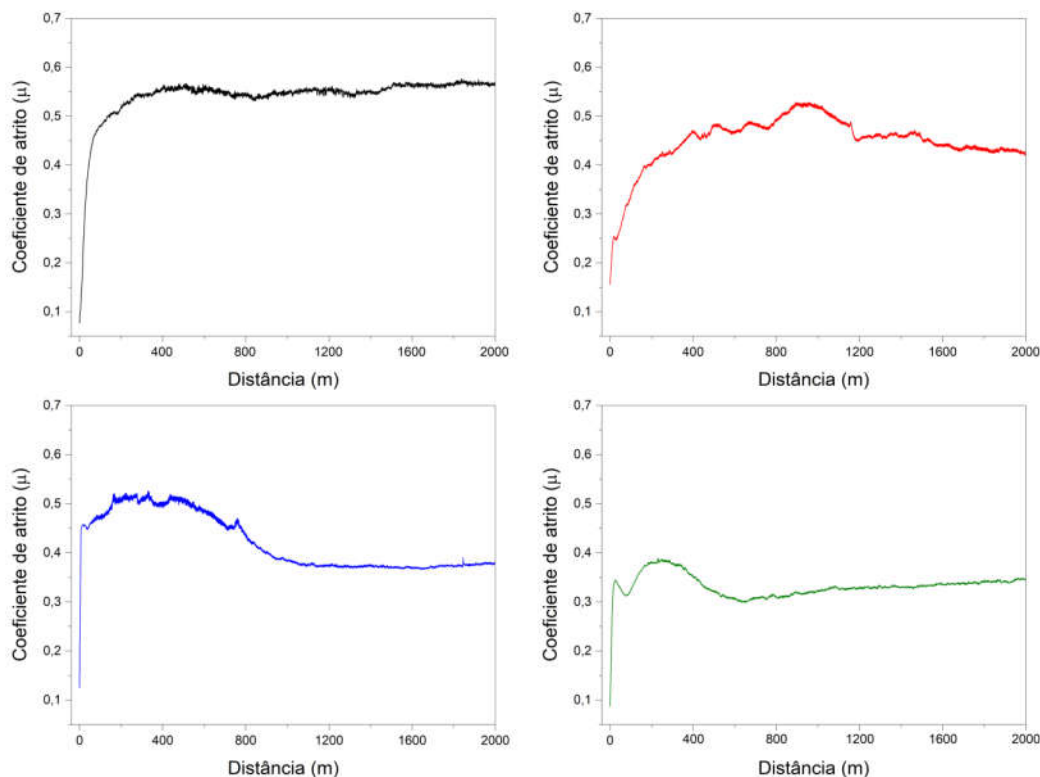
Fonte: A autora.

As curvas seguem um padrão característico de coeficiente de atrito, apresentando um estágio inicial de *running-in*, onde há uma elevação rápida do coeficiente de atrito devido à acomodação inicial da superfície do material em contato com a esfera de WC-6%Co. Posteriormente, o coeficiente de atrito tende a estabilizar, alcançando um regime estacionário de desgaste (Santecchia et al, 2015; Krafka et al, 2023)

O comportamento das curvas também indica que o período de transição para o regime estacionário se prolonga conforme a quantidade de TiN aumenta. Esse fenômeno pode ser explicado pela maior dureza e resistência ao desgaste proporcionadas pela presença do TiN, retardando o ajuste inicial da interface tribológica. Esse ajuste envolve a conformação topográfica das superfícies, a redução de asperezas e a formação de uma camada tribológica estável, que influencia diretamente o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste (Santecchia et al, 2015; Kara et al, 2019; Krafka et al, 2023).

A Figura 39 mostra os resultados das curvas de coeficiente de atrito obtidas para a matriz cerâmica AZ e seus compósitos cerâmicos reforçados com TiN sinterizados a 1600°C.

Figura 39 – Curvas de coeficiente de atrito, onde (a) matriz AZ, (b) compósito AZ1T, (c) compósito AZ3T e (d) compósito AZ5T, sinterizados a 1600°C.



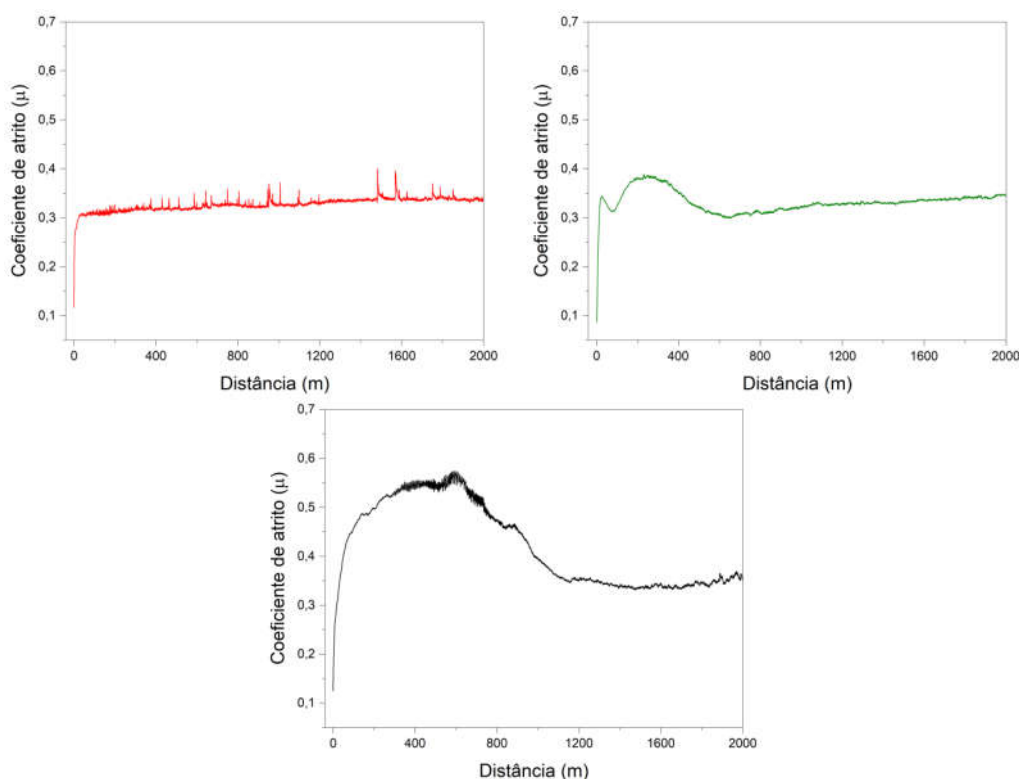
Fonte: A autora.

A estabilidade do coeficiente de atrito nos compósitos cerâmicos reforçados com TiN ao longo do ensaio sugere que o mecanismo de desgaste foi predominantemente controlado pela dureza e tenacidade da matriz cerâmica e pela presença do reforço particulado. Dessa forma, a adição do TiN não apenas melhora a resistência ao desgaste, mas também contribui para uma menor variação do coeficiente de atrito, tornando o material mais confiável para aplicações em ambientes de fricção e desgaste. Assim, os resultados confirmam a eficiência do TiN como modificador tribológico, promovendo uma redução consistente do coeficiente de atrito (Laarz et al, 2001; Gommeringer; Kern, 2020; Liu et al, 2020).

Comparando-se as curvas do coeficiente de atrito para o compósito cerâmico AZ5T sinterizados a 1500°C e 1600°C com uma ferramenta de corte comercial de referência, apresentadas na Figura 40, observa-se que, no estágio de transição entre "running-in" e regime estacionário, o compósito AZ5T apresenta um período de ajuste inicial mais suave em comparação com a ferramenta de corte comercial. No entanto, uma vez estabilizado, o coeficiente de atrito do compósito

cerâmico AZ5T, independente da temperatura de sinterização, permanece inferior ao da ferramenta comercial, evidenciando um possível potencial para aplicações em torneamento.

Figura 40 – Curvas de coeficiente de atrito para os materiais analisados: (a) compósito AZ5T sinterizado a 1500°C, (b) compósito AZ5T sinterizado a 1600°C e (c) ferramenta de corte comercial.



Fonte: A autora.

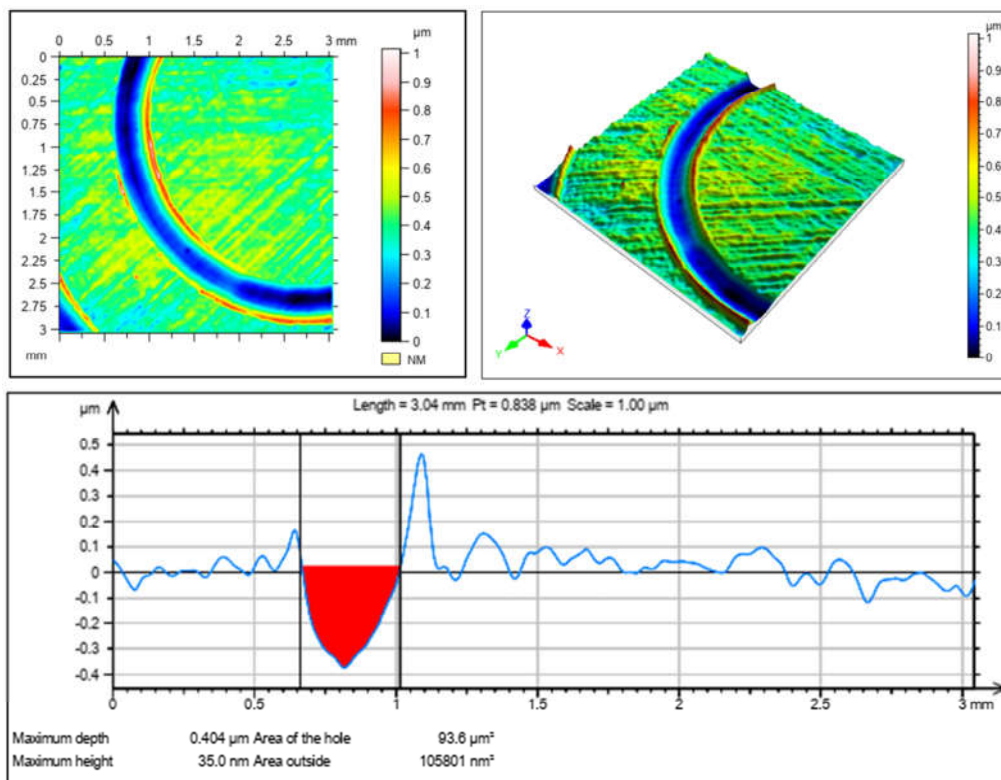
A ferramenta de corte comercial, por sua vez, apresenta um comportamento distinto ao longo do ensaio, com um estágio de transição entre *running-in* e regime estacionário mais longo, estabilizando próximo dos 1200 metros após o início do ensaio de desgaste. O estágio de transição prolongado entre *running-in* e regime estacionário ocorre porque a superfície da ferramenta comercial demora mais tempo para se ajustar ao contato tribológico, devido à sua alta dureza 19,62 GPa (Santecchia et al, 2015; Kara et al, 2019; Krafka et al, 2023).

Dessa forma, os resultados obtidos reforçam a eficiência do TiN na matriz AZ como redutor do coeficiente de atrito, ao mesmo tempo em que demonstram a estabilidade térmica do compósito AZ5T até 1600°C. A similaridade nos valores de coeficiente de atrito para ambas as temperaturas de sinterização sugere que a

microestrutura dos compósitos cerâmicos não sofreu alterações significativas que pudessem impactar seu desempenho em relação ao desgaste e atrito. Essas contribuições são essenciais para a viabilidade do compósito cerâmico AZ5T como material alternativo para aplicações em ferramentas de corte, considerando sua resistência ao desgaste e baixo coeficiente de atrito.

A Figura 41 apresenta a análise topográfica da trilha de desgaste da ferramenta de corte comercial utilizada como referência no estudo. A Figura 41 (a) exibe a topografia da trilha de desgaste em vista bidimensional, destacando as regiões mais desgastadas em azul e vermelho, indicando a profundidade e a altura da rugosidade, respectivamente. A Figura 41 (b) apresenta a mesma trilha de desgaste em uma visualização tridimensional, permitindo uma melhor percepção da distribuição das irregularidades na superfície. Já a Figura 41 (c) exibe o perfil transversal da trilha de desgaste, onde é possível observar a profundidade máxima de desgaste ($0,404\ \mu\text{m}$), a área total desgastada e a altura máxima da rugosidade residual na região externa da trilha de desgaste.

Figura 41 – Topografia da trilha de desgaste da ferramenta de corte comercial. (a) Mapa 2D, (b) representação 3D e (c) perfil transversal.



Fonte: A autora.

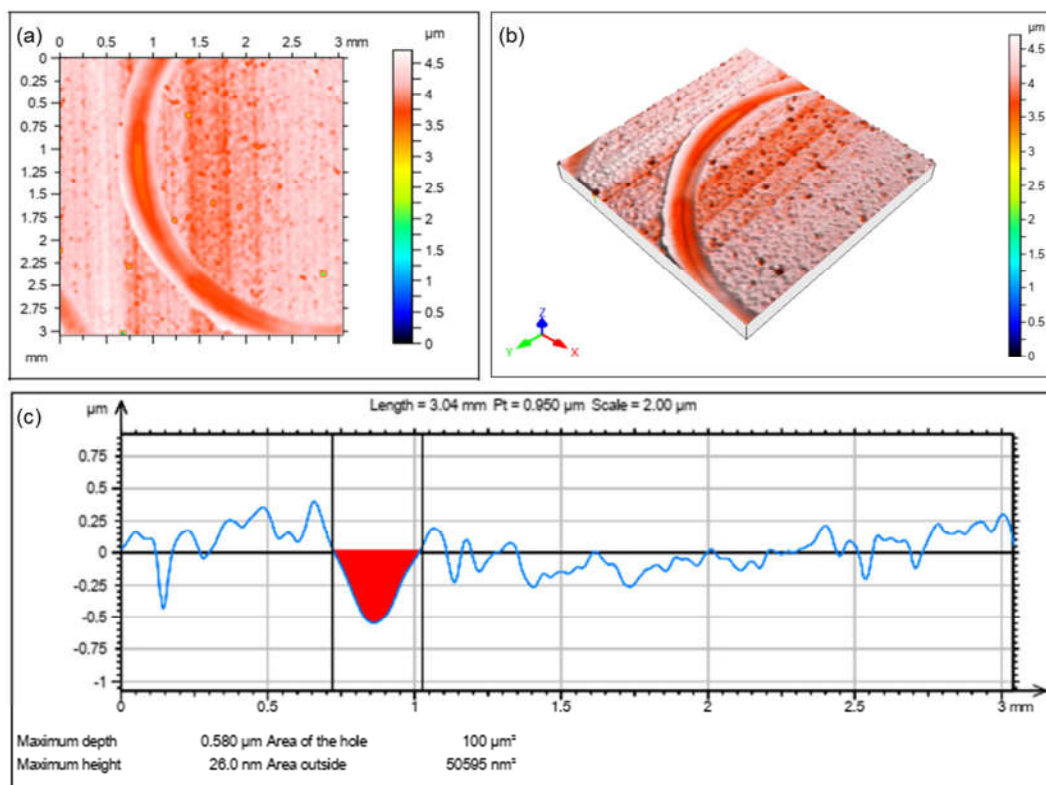
A análise da rugosidade mostra que a profundidade máxima do desgaste atingiu $0,404\text{ }\mu\text{m}$, um valor relativamente pequeno, o que sugere uma boa resistência ao desgaste da ferramenta de corte comercial. No entanto, a presença de regiões elevadas em torno da trilha de desgaste, com uma altura máxima de $35,0\text{ nm}$, indica que houve remoção de material e possível formação de detritos ao longo do ensaio.

O coeficiente de atrito medido foi de $0,42$, um valor intermediário que sugere um balanço entre a aderência e a resistência ao deslizamento da ferramenta sob as condições do ensaio. Como descrito na literatura, o coeficiente de atrito não é uma propriedade intrínseca do material, mas sim uma resposta às condições tribológicas do sistema (Czichos et al, 1995; Adachi; Kato; Chen, 1997; Bejinariu et al, 2022). A estabilidade do coeficiente de atrito ao longo do ensaio mostra que o material da ferramenta de corte comercial manteve um contato uniforme com a superfície desgastante. Isso significa que não houve grandes variações no atrito, indicando um desgaste mais previsível e sem mudanças bruscas no comportamento do material.

Ao analisar o perfil transversal da trilha de desgaste, observa-se que a área do desgaste foi de $93,6\text{ }\mu\text{m}^2$, um indicativo da taxa de remoção de material durante o ensaio. Essa área, em relação à área total analisada de $105,801\text{ }\mu\text{m}^2$, é relativamente pequena, reforçando a ideia de que a ferramenta de corte comercial apresenta boa resistência ao desgaste dentro das condições de teste utilizadas.

A Figura 42 mostra os resultados obtidos da análise topográfica da trilha de desgaste para a amostra do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ e demonstram características tribológicas distintas em comparação com a ferramenta de corte comercial. A topografia da trilha de desgaste revela uma trilha bem definida, indicando o contato efetivo e uma pequena remoção de material ao longo do ensaio. A análise bidimensional na Figura 42 (a) destaca uma distribuição mais uniforme da rugosidade superficial, sugerindo uma resposta homogênea ao processo de desgaste. A representação tridimensional da Figura 42 (b) reforça essa observação, mostrando que, embora a topografia da superfície tenha sofrido modificações devido ao deslizamento, não há sinais de falha catastrófica ou danos severos, evidenciando a integridade estrutural do material sinterizado a essa temperatura.

Figura 42 – Topografia da pista de desgaste da amostra do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1500°C. (a) Mapa 2D da superfície evidenciando a trilha de desgaste, (b) representação tridimensional da topografia da superfície, e (c) perfil transversal da pista de desgaste.



Fonte: A autora.

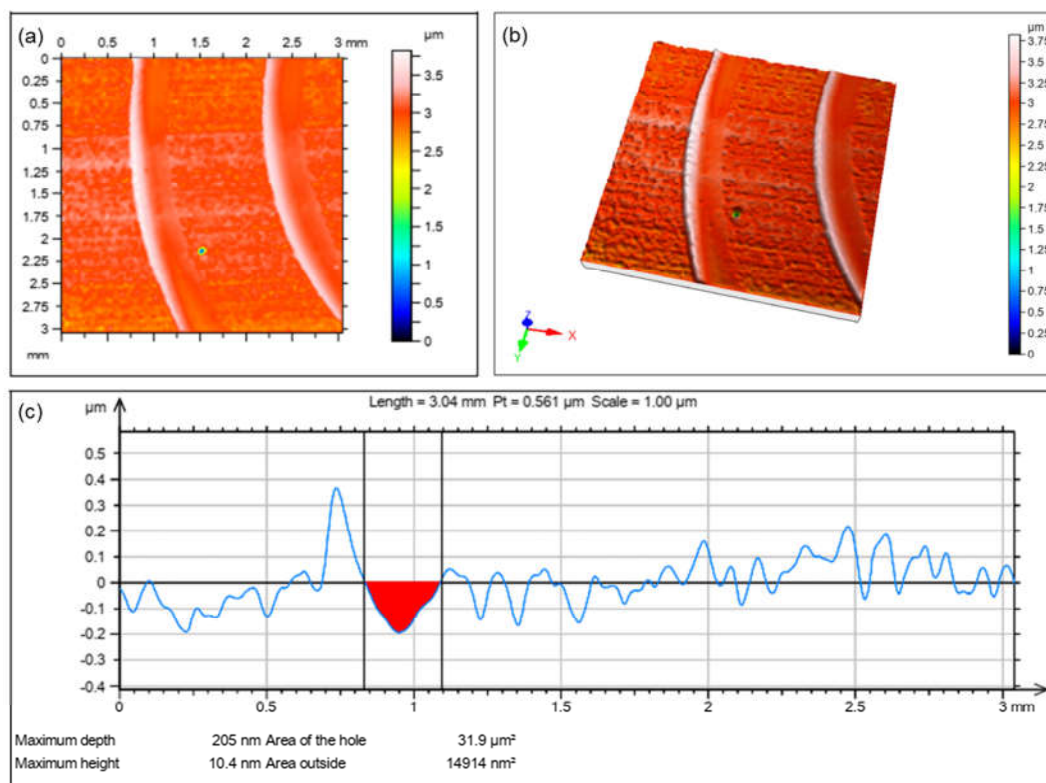
O perfil transversal da trilha de desgaste representado pela Figura 42 (c), permite uma análise quantitativa mais precisa da remoção de material. A profundidade máxima registrada foi de 0,580 μm , ligeiramente superior à observada na ferramenta de corte comercial, o que sugere um processo de desgaste um pouco mais pronunciado. No entanto, a área desgastada de 100 μm^2 e a área total analisada de 50,595 μm^2 indicam que o material apresentou uma resistência significativa ao desgaste, mantendo um padrão relativamente estável ao longo do ensaio e apresentando uma taxa de desgaste relativamente baixa. Esse comportamento está em conformidade com a hipótese de que o AZ5T sinterizado a 1500°C oferece uma boa combinação de dureza e resistência ao desgaste, sendo uma alternativa viável para aplicações que exigem materiais cerâmicos de alta resistência ao desgaste.

A partir dessa análise, fica evidente que o compósito AZ5T sinterizado a 1500°C apresentou um padrão de desgaste bem controlado, com uma remoção de

material limitada e sem sinais de degradação acentuada. Esses resultados fortalecem a possibilidade de utilização deste material em condições mais severas, com situações que exijam maior interação de desgaste, abrindo perspectivas para sua aplicação industrial como uma opção competitiva frente às ferramentas de corte convencionais.

A Figura 43 mostra a composição cerâmica AZ5T sinterizada a 1600°C apresentou um aspecto de desgaste distinto, evidenciada pela análise topográfica da trilha de desgaste. A Figura 43 (a) revela a distribuição da rugosidade superficial em vista bidimensional, destacando a presença de regiões de desgaste, marcadas por variações na escala de cores. Essa configuração indica que a resistência ao desgaste foi preservada, refletindo um bom desempenho da microestrutura obtida. A Figura 43 (b) proporciona uma visão tridimensional da trilha de desgaste, permitindo uma análise mais detalhada das características superficiais. Nota-se que as trilhas de desgaste mantêm uma distribuição homogênea, com sulcos relativamente uniformes, sugerindo um comportamento tribológico estável. Esse aspecto é essencial para aplicações que exigem alto desempenho sob condições de atrito intenso. A Figura 43 (c) apresenta o perfil transversal da trilha de desgaste, mostrando a profundidade máxima de 205 nm, um valor relativamente baixo quando comparado ao material da ferramenta de corte comercial. Além disso, a altura máxima da rugosidade na região externa foi de apenas 10,4 nm, confirmando que o compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C minimizou a degradação superficial. A pequena área do desgaste sugere que a resistência mecânica e a integridade estrutural da amostra foram bem preservadas, tornando-a um material promissor para aplicações que exigem resistência ao desgaste prolongado.

Figura 43 – Topografia da pista de desgaste da amostra do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Mapa 2D da superfície evidenciando a trilha de desgaste, (b) representação tridimensional da topografia da superfície, e (c) perfil transversal da pista de desgaste.



Fonte: A autora.

A comparação entre os compósitos cerâmicos AZ5T e a ferramenta de corte comercial mostra diferenças na resistência ao desgaste, principalmente observadas nas análises topográficas e nos perfis transversais das trilhas de desgaste. A ferramenta comercial apresentou uma trilha de desgaste mais profunda, atingindo 35 nm, o que sugere uma maior remoção de material ao longo do ensaio. No entanto, apesar dessa maior profundidade, a taxa de desgaste em si não foi tão superior à dos compósitos cerâmicos AZ5T sinterizada a 1500°C e 1600°C.

Esse comportamento pode ser explicado pela composição da ferramenta de corte comercial, cuja principal fase de reforço é o TiC (carbeto de titânio). Embora o TiC apresente alta dureza, sua resistência ao desgaste está fortemente ligada à microestrutura e à quantidade da fase ligante. Estudos indicam que ferramentas de corte com partículas de TiC mais finas e menor proporção de fase ligante apresentam maior resistência ao desgaste, enquanto partículas maiores ou uma distribuição menos eficiente da microestrutura podem comprometer a integridade do

material (Hussainova, 2003; Md Idriss et al, 2016). Além disso, a interação entre as fases do material da ferramenta de corte comercial influencia diretamente na estabilidade durante o desgaste, o que pode justificar a maior profundidade da trilha observada na ferramenta comercial. Dessa forma, os resultados reforçam que a resistência ao desgaste não depende apenas da dureza do material, mas também de fatores microestruturais, como o tamanho e a distribuição das partículas de TiC e a composição da fase ligante (Aramian et al, 2021; Kumar; Singh, 2024).

Já a amostra AZ5T sinterizada a 1500 °C aponta uma melhora na resistência ao desgaste. A profundidade da trilha de desgaste é menor (26 nm), e a superfície ao redor mantém uma rugosidade reduzida, sugerindo que a remoção de material foi menos intensa. Isso significa que essa amostra suportou melhor as condições do teste de desgaste, o que pode estar relacionado a uma microestrutura homogênea, reduzindo a perda de material ao longo do tempo. Esse resultado é um indicativo positivo, pois aponta para uma maior durabilidade e um desempenho superior em aplicações que exigem resistência ao atrito.

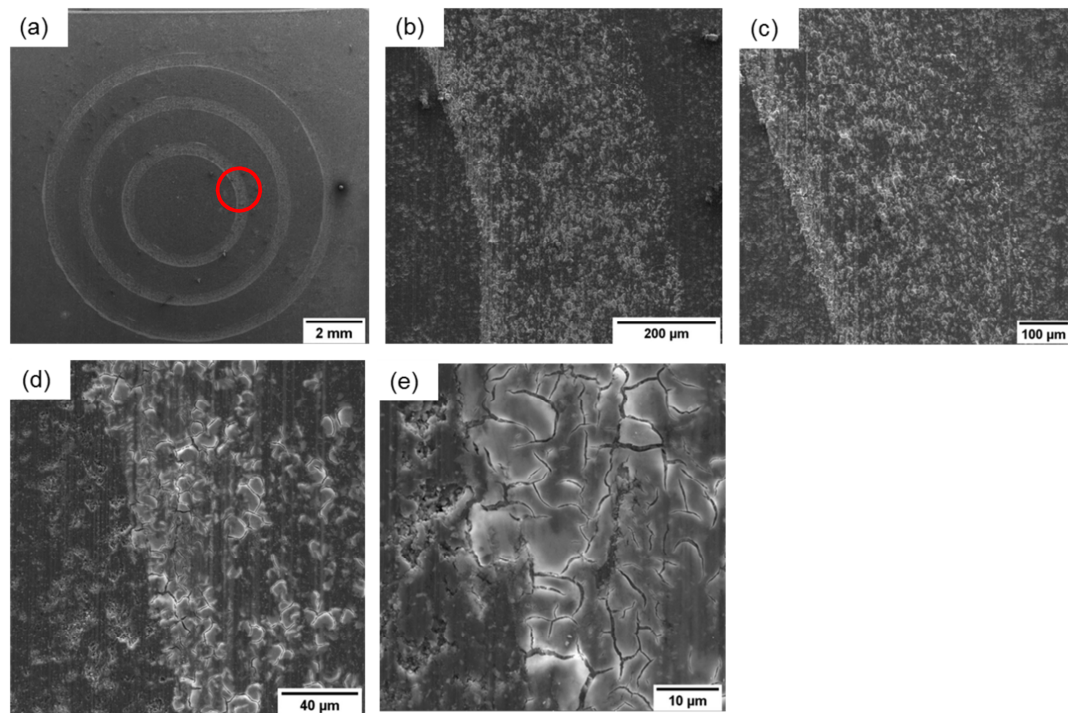
A amostra AZ5T sinterizada a 1600 °C apresentou os melhores resultados em termos de resistência ao desgaste. A trilha de desgaste é ainda menos profunda (10,4 nm), e a rugosidade da superfície se mantém bastante uniforme. A taxa de desgaste dessa amostra é significativamente menor em comparação com as demais, o que indica uma excelente estabilidade estrutural e mecânica. O aumento da temperatura de sinterização resultou em uma estrutura mais resistente à remoção de partículas durante o teste. Isso mostra que, para esse compósito, a maior a temperatura de sinterização, promoveu uma melhor resistência ao desgaste.

De maneira geral, os resultados mostram que a formulação AZ5T, especialmente quando sinterizada a 1600 °C tem um desempenho superior ao da amostra comercial, apresentando menor taxa de desgaste e maior estabilidade superficial.

Para destacar a baixa taxa de desgaste e o coeficiente de atrito reduzido, a Figura 44 apresenta uma sequência de imagens das realizada por microscopia eletrônica de varredura com emissão de campo (FEG), em diferentes ampliações, o comportamento, do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600 °C após o ensaio de desgaste. Cada imagem oferece uma nova perspectiva da trilha desgastada no raio de 2 mm, onde está marcado por um círculo vermelho na Figura 44 (a),

proporcionando uma compreensão mais detalhada dos mecanismos envolvidos no processo.

Figura 44 – Imagens de MEV/FEG da trilha de desgaste do compósito AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Visão geral da trilha de desgaste. (b) e (c) Ampliações mostrando a transição entre áreas desgastadas e não desgastadas. (d) Superfície desgastada. (e) Detalhe da microestrutura.



Fonte: A autora.

Na Figura 44 (a), tem-se uma visão geral das trilhas de desgaste. As trilhas foram realizadas nos raios 2, 3,5 e 5 mm e indicam como o material foi sendo removido ao longo do ensaio, revelando um contato bem distribuído entre a superfície do compósito e o material de contra corpo, neste caso uma esfera de WC-6%Co com diâmetro de 6 mm. Essa visão ampla permite perceber se o desgaste aconteceu de forma uniforme ou se houve alguma área com remoção mais intensa de material do compósito cerâmico AZ5T.

Já nas Figuras 44 (b) e (c), a ampliação aumenta e pode-se observar mais detalhes da região desgastada. Nessas figuras, fica evidente a diferença entre as áreas afetadas pelo atrito e a superfície da amostra. A superfície desgastada apresenta uma textura mais rugosa, sugerindo que o material sofreu desgaste

abrasivo e, possivelmente, um leve desgaste adesivo. Isso pode significar que algumas partículas se soltaram da amostra durante o ensaio.

A análise das micrografias mostra que o desgaste do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600 °C, ocorre predominantemente por dois mecanismos principais: abrasão e delaminação. No desgaste por abrasão, micropartículas do material são progressivamente removidas da superfície devido à ação mecânica do contato com o antagonista, promovendo a formação de trilhas de desgaste bem definidas. Esse fenômeno é evidenciado na Figura 44 (e), onde, se observa claramente as interfaces entre os grãos cerâmicos e os pontos de desprendimento de partículas. Mesmo com a boa coesão entre os grãos proporcionada pelo processo de sinterização, a remoção de material ocorre de maneira localizada ao longo do ensaio de desgaste (Dubar; Dubois; Dubar, 2005; Aramian et al, 2021; Krafka et al, 2023; Kumar; Singh, 2024).

Já o desgaste por delaminação se manifesta pela formação de detritos finos, que aparecem na superfície desgastada sob a forma de resíduos em placas ou escamas. Essas características são particularmente visíveis na Figura 44(d), que mostra as imperfeições microestruturais, como pequenas rachaduras e regiões onde camadas do material foram destacadas do compósito cerâmico. A delaminação ocorre quando micropartículas do compósito cerâmico se desprendem e permanecem na trilha de desgaste. Com a passagem repetitiva da esfera de WC–6%Co sobre a mesma região, essas partículas contribuem para a separação de camadas finas do material. A presença desses detritos confirma a delaminação como um mecanismo ativo, intensificando a degradação por abrasão e alterando progressivamente a superfície ao longo do ensaio (Kara et al, 2019; Aramian et al, 2021; Krafka et al, 2023).

Esses resultados demonstram que, apesar da boa resistência ao desgaste do compósito AZ5T, sua degradação ocorre por mecanismos típicos de materiais cerâmicos, onde a interação entre abrasão e delaminação define a microestrutura final da trilha de desgaste.

A Figura 45 apresenta a análise de espectroscopia de energia dispersiva (EDS) realizada na mesma trilha de desgaste do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C com raio de 2 mm, permitindo uma avaliação detalhada da composição química e da distribuição dos elementos na superfície desgastada. A Figura 45 (a) exibe a micrografia da trilha obtida por MEV/FEG, na qual se observa a

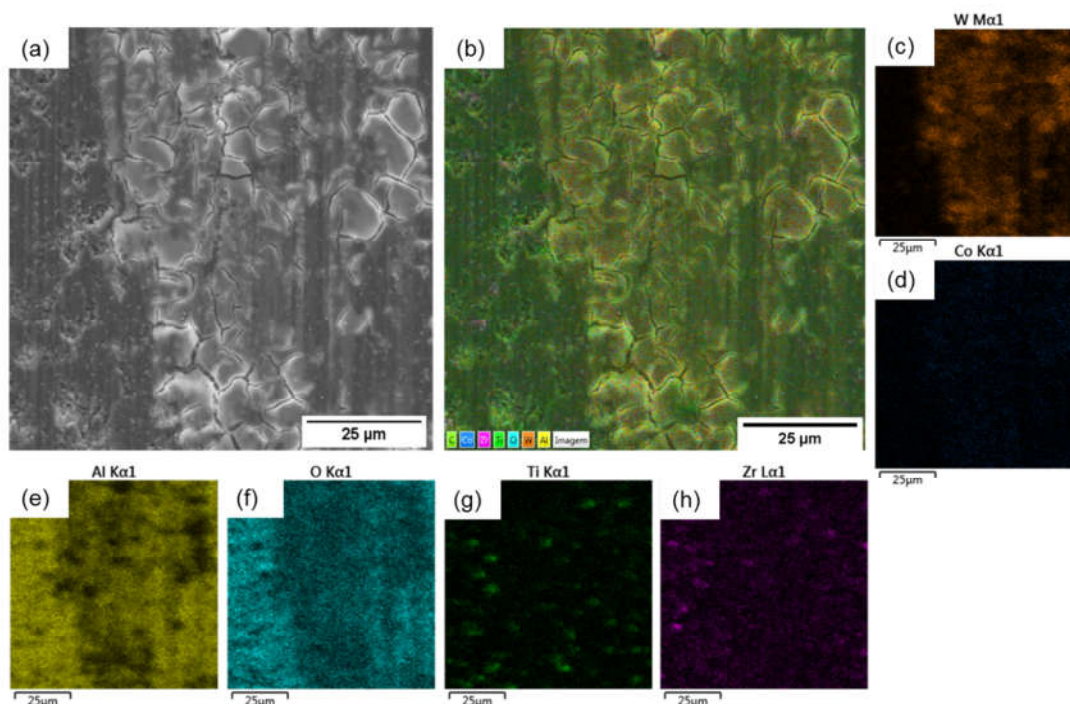
morfologia da superfície após o ensaio de desgaste. Nota-se a presença de regiões com microtrincas, escamas e áreas relativamente mais lisas, características que indicam os diferentes mecanismos atuantes no desgaste do material. A Figura 45 (b) apresenta o mapeamento químico superposto à micrografia, permitindo visualizar a distribuição dos elementos químicos na trilha de desgaste.

As Figuras 45 (c) e (d) mostram a localização da trilha de desgaste, evidenciando a distribuição dos elementos provenientes da esfera que ficaram impregnados na superfície desgastada do compósito AZ5T. Essa transferência de material indica a ocorrência de desgaste adesivo, no qual micropartículas do material da esfera aderem à superfície cerâmica, além do desgaste abrasivo, que contribui para a remoção de material do compósito.

As Figuras 45 (e), (f), (g) e (h) referem-se ao mapeamento dos elementos químicos constituintes do compósito cerâmico AZ5T. A análise de cada imagem revela a distribuição específica de diferentes elementos químicos na trilha de desgaste e fora dela também, permitindo avaliar a seletividade do desgaste e a estabilidade química das fases presentes.

A análise da Figura 45 mostra que o compósito AZ5T sinterizado a 1600°C apresenta uma resistência ao desgaste significativa, com degradação seletiva da superfície e possível permanência do TiN na trilha de desgaste. A presença de microtrincas, a transferência de material da esfera de WC-6%Co e a distribuição dos elementos químicos na trilha fornecem uma visão abrangente dos mecanismos atuantes, sendo informações essenciais para a otimização desse compósito em aplicações de maior desgaste.

Figura 45 – EDS da trilha de desgaste do compósito cerâmico AZ5T sinterizado a 1600°C. (a) Micrografia de FEG da superfície desgastada. (b) Mapeamento elemental sobreposto à imagem de FEG. (c) e (d) Distribuição de elementos da esfera de WC-6%Co na trilha de desgaste. (e)–(h) Mapeamento da distribuição dos elementos presentes no compósito cerâmico AZ5T.



Fonte: A autora.

4.8 RESULTADOS DOS TESTES DE USINAGEM

4.8.1 Caracterização inicial das ferramentas de corte

A Figura 46 mostra imagens de microscopia eletrônica de varredura (MEV), realizadas na UTFPR-PG, que registram o estado inicial das ferramentas de corte antes do uso. Essa etapa foi importante para garantir que qualquer desgaste observado após a usinagem seja, de fato, consequência do processo de corte.

Na Figura 46 (a), tem-se a ferramenta de corte comercial usada como referência nos testes. Ela é produzida a partir de uma cerâmica com matriz de Al_2O_3 reforçada com partículas de carboneto de titânio (TiC), uma combinação comum na indústria por sua alta dureza e resistência ao desgaste. A superfície da ferramenta comercial aparece lisa e uniforme, o que indica um bom acabamento e um processo de fabricação bem controlado.

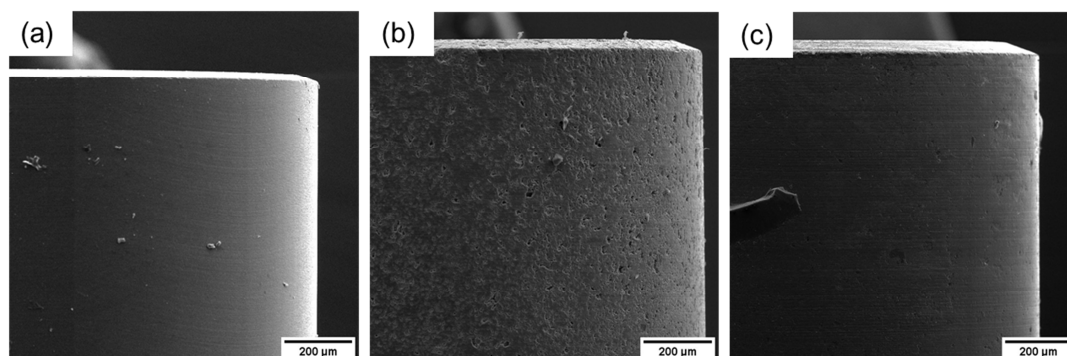
A Figura 46 (b) mostra a ferramenta experimental produzida com o compósito AZ5T, sinterizado a 1500 °C. Este material contém 5% em volume de

nitreto de titânio (TiN) distribuído numa matriz cerâmica de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$. Apesar de suas boas propriedades mecânicas, a superfície apresenta uma maior rugosidade e poros visíveis, o que pode comprometer seu desempenho, tornando-a mais vulnerável a desgaste ou fratura durante a usinagem.

Já na Figura 46 (c), apresenta outra ferramenta AZ5T, sinterizada a 1600 °C. A diferença é clara: a superfície está mais densa e homogênea, com menos poros. A ponta de corte também parece mais bem definida, o que sugere maior resistência e durabilidade — resultado direto da temperatura de sinterização mais alta.

A ferramenta comercial, por sua vez, foi fornecida com geometria final definida e já retificada, apresentando acabamento compatível com as ferramentas desenvolvidas neste estudo. Assim, a Figura 46 confirma que todas as ferramentas de corte estavam em bom estado, sem sinais de uso ou desgaste, servindo como registro da condição inicial antes da realização dos testes de torneamento.

Figura 46 – Micrografias MEV das ferramentas de corte antes da usinagem: (a) ferramenta de corte comercial; (b) compósito AZ5T sinterizado a 1500 °C; (c) compósito AZ5T sinterizado a 1600 °C.

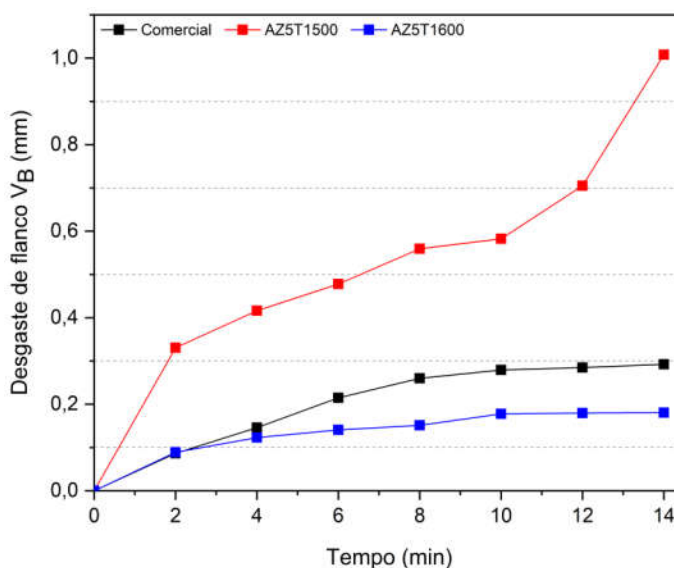


Fonte: A autora.

4.8.2 Caracterização das ferramentas de corte após os testes de usinagem

A Figura 47 apresenta a evolução do desgaste de flanco (V_B) em função do tempo de usinagem para as três ferramentas avaliadas: a ferramenta cerâmica comercial (referência industrial) e as ferramentas desenvolvidas com o compósito AZ5T, sinterizadas a 1500 °C e 1600 °C, respectivamente. Os ensaios foram realizados em ferro fundido cinzento, sob condições de usinagem a seco, com velocidade de corte de 550 m/min, conforme metodologia descrita anteriormente.

Figura 47 – Evolução do desgaste de flanco (V_B) em função do tempo de usinagem das ferramentas cerâmicas comercial, AZ5T1500 e AZ5T1600 durante a usinagem de ferro fundido cinzento.



Fonte: A autora.

Observa-se que a ferramenta experimental AZ5T sinterizada a 1500°C apresentou os maiores valores de desgaste de flanco ao longo de todo o ensaio. Nos primeiros minutos de usinagem, a taxa de desgaste dessa ferramenta foi acentuadamente superior em comparação às demais, indicando uma perda acelerada de material inicial. No entanto, a partir de aproximadamente 6 minutos, a taxa de desgaste passou a se assemelhar à das outras ferramentas, embora a amplitude total de desgaste tenha continuado superior, alcançando aproximadamente 0,95 mm ao final dos 14 minutos de usinagem. Esse comportamento é atribuído à microestrutura mais porosa e heterogênea dessa amostra, conforme evidenciado anteriormente nas micrografias de MEV, o que compromete sua resistência mecânica e favorece a atuação dos mecanismos de desgaste ao longo da usinagem.

A ferramenta comercial apresentou desempenho intermediário, com um crescimento progressivo do desgaste até cerca de 0,27 mm, após o mesmo tempo de usinagem. Este comportamento está de acordo com o desempenho esperado para cerâmicas mistas industriais com matriz de Al_2O_3 e partículas de TiC , cuja resistência ao desgaste é reconhecida.

Por outro lado, a ferramenta AZ5T sinterizada a 1600°C demonstrou o melhor desempenho dentre todas as amostras analisadas. O desgaste de flanco

manteve-se baixo e relativamente estável ao longo de toda a usinagem, atingindo cerca de 0,18 mm após 14 minutos. Este resultado evidencia que a elevação da temperatura de sinterização promoveu uma densificação mais eficiente do compósito, resultando em uma microestrutura mais densa, com menor porosidade e, conseqüentemente, maior resistência ao desgaste.

Esses resultados confirmam que a temperatura de sinterização exerce influência direta sobre o desempenho das ferramentas cerâmicas em operação, sendo um parâmetro crítico para a otimização de propriedades mecânicas e desgaste. A ferramenta AZ5T1600 demonstrou potencial superior à ferramenta comercial, sugerindo sua viabilidade para aplicações industriais em usinagem de materiais abrasivos como o ferro fundido cinzento.

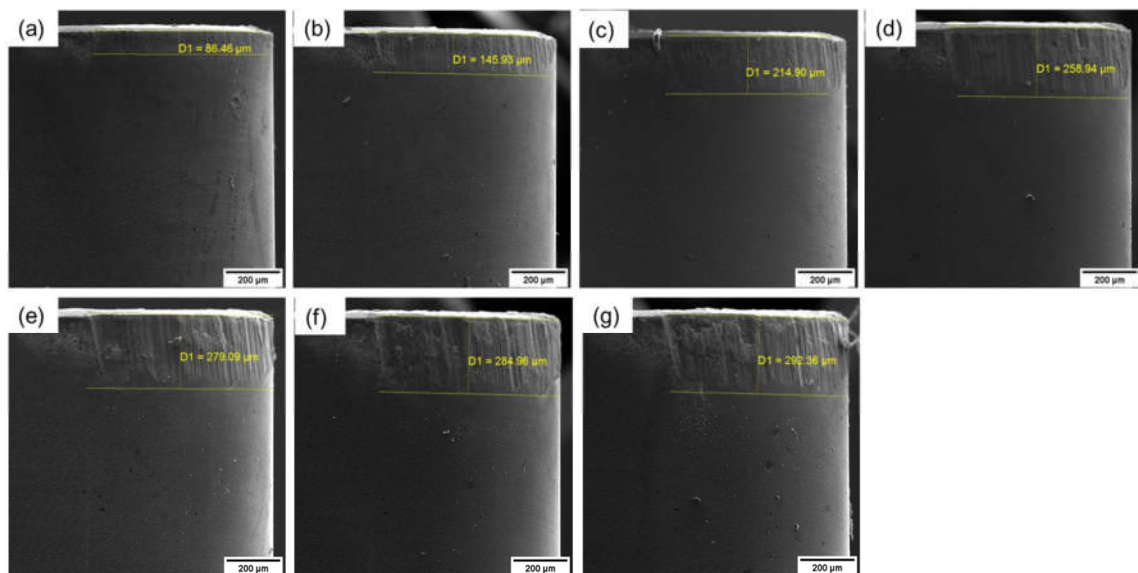
As Figuras 48, 49 e 50 foram obtidas em intervalos de dois em dois minutos de usinagem, totalizando 14 minutos. As imagens mostram a sequência de micrografias, onde a cada dois minutos de operação, a ferramenta era removida, e realizava-se a caracterização da sua superfície de desgaste por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Essas imagens correspondem às ferramentas cerâmicas após a usinagem do ferro fundido cinzento, sendo a Figura 48 referente à ferramenta comercial, a Figura 49 à ferramenta AZ5T sinterizada a 1500 °C, e a Figura 50 à ferramenta AZ5T sinterizada a 1600 °C.

A análise das imagens da Figura 48 revela que a ferramenta cerâmica comercial apresentou desgaste progressivo ao longo do uso, com valores variando de 86,46 µm a 292,36 µm. Observa-se uma degradação crescente da camada superficial, indicando uma resistência ao desgaste moderada. O desgaste aumenta até certo ponto e tende a estabilizar, sugerindo que a ferramenta mantém desempenho aceitável por um determinado intervalo de tempo antes de atingir seu limite funcional.

Em contrapartida, as micrografias da Figura 49 evidenciam que a ferramenta AZ5T sinterizada a 1500°C sofreu um desgaste significativamente mais severo, com medidas variando de 330,49 µm a 1007,72 µm. As imagens mostram camadas de desgaste espessas, com perda acentuada de material, especialmente nas regiões mais próximas à aresta de corte. O aumento contínuo e expressivo do desgaste ao longo do tempo de usinagem indica um desempenho inferior, caracterizado por menor resistência mecânica e estabilidade térmica, levando a uma vida útil bastante limitada.

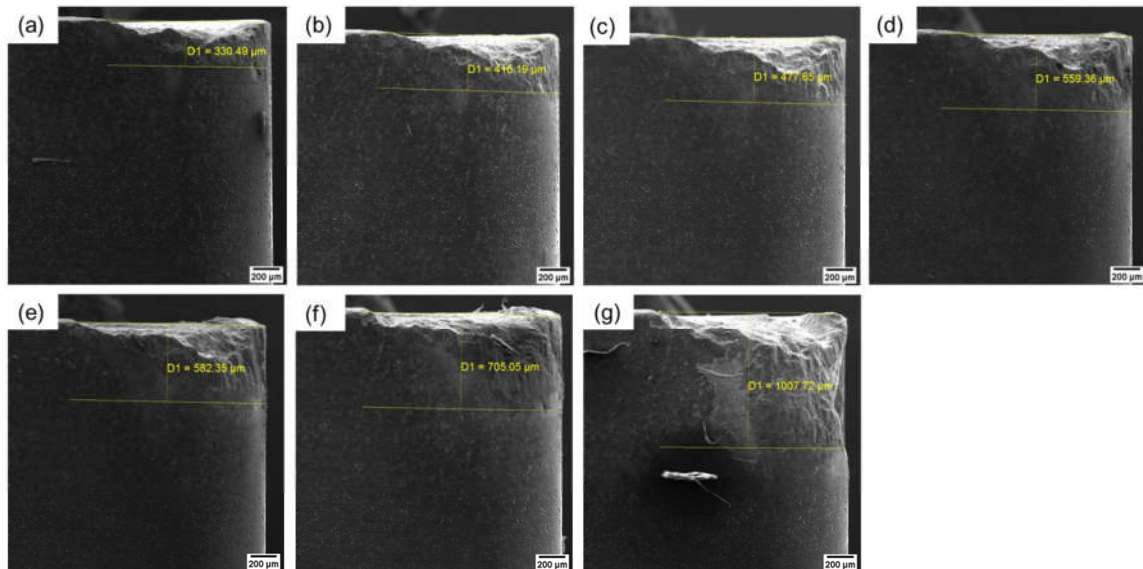
Por sua vez, a ferramenta AZ5T sinterizada a 1600 °C, cujas micrografias estão representadas na Figura 50, demonstrou um comportamento oposto. As imagens indicam que o desgaste foi mais contido e homogêneo, com profundidades variando entre 89,11 μm e 180,38 μm . A superfície da ferramenta manteve sua integridade estrutural mesmo após os ensaios de usinagem, sugerindo boa resistência à abrasão.

Figura 48 – Micrografias MEV das ferramentas de corte comercial depois da usinagem do ferro fundido cinzento.



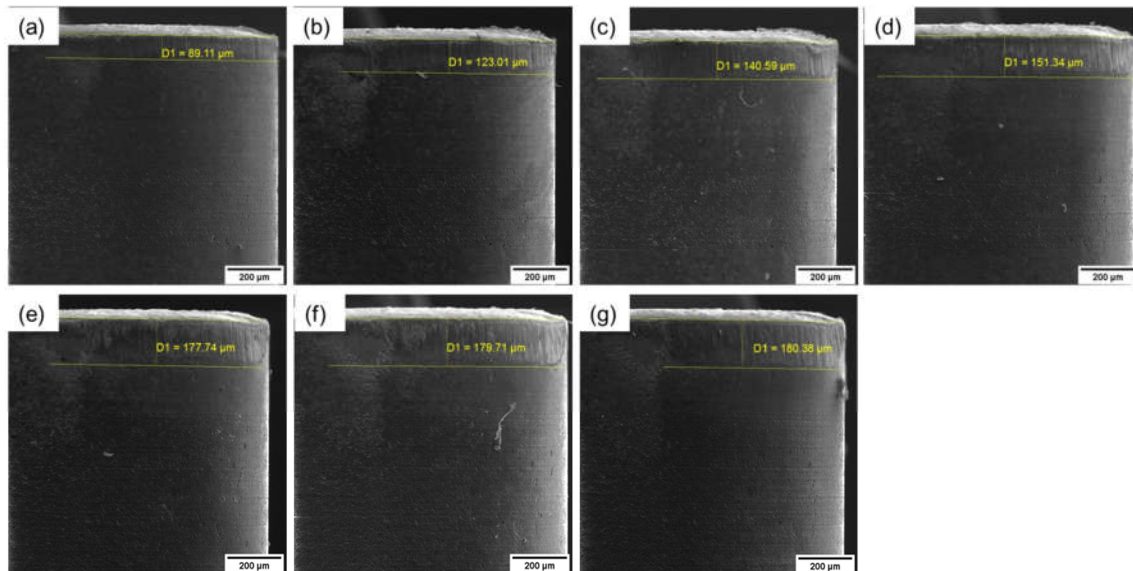
Fonte: A autora.

Figura 49 – Micrografias MEV das ferramentas de corte AZ5T sinterizada a 1500°C depois da usinagem do ferro fundido cinzento.



Fonte: A autora.

Figura 50 – Micrografias MEV das ferramentas de corte AZ5T sinterizada a 1600°C depois da usinagem do ferro fundido cinzento.



Fonte: A autora.

A comparação entre as três ferramentas demonstra que a elevação da temperatura de sinterização de 1500°C para 1600°C resultou em melhorias no comportamento do desgaste da composição AZ5T. A ferramenta sinterizada a 1600°C apresentou os menores níveis de desgaste de flanco, com evolução lenta e

controlada ao longo do tempo, o que indica maior estabilidade térmica e melhor resistência mecânica. Esses resultados sugerem que a microestrutura obtida a 1600°C contribuiu para a formação de uma cerâmica mais densa e homogênea, com interfaces bem consolidadas entre os reforços e a matriz, favorecendo o bom desempenho da ferramenta de corte durante o processo de torneamento do ferro fundido cinzento.

A análise das micrografias obtidas por MEV após o torneamento (Figuras 49 e 50) revela diferenças significativas nos mecanismos de desgaste atuantes nas ferramentas de corte avaliadas. Na ferramenta AZ5T1600, observam-se marcas predominantemente paralelas à direção de corte sobre a superfície de flanco, o que caracteriza um mecanismo de desgaste por abrasão, típico de materiais mais duros e resistentes, que mantêm sua integridade estrutural durante a usinagem. O mesmo mecanismo também é observado na ferramenta comercial, sugerindo que ambas possuem resistência à deformação e ao arrancamento de partículas.

Por outro lado, a ferramenta AZ5T1500 apresentou desgaste com morfologia mais irregular e intensa, com evidências de arrancamento de partículas e descontinuidade nas superfícies de folga e saída. Esses aspectos indicam a predominância do desgaste por adesão, mecanismo que ocorre devido à fragilidade estrutural da microestrutura mais porosa da cerâmica sinterizada a 1500°C. Nessas condições, fragmentos do material da peça de trabalho aderem à superfície da ferramenta e, posteriormente, são arrancados juntamente com parte do material da própria ferramenta, agravando o desgaste.

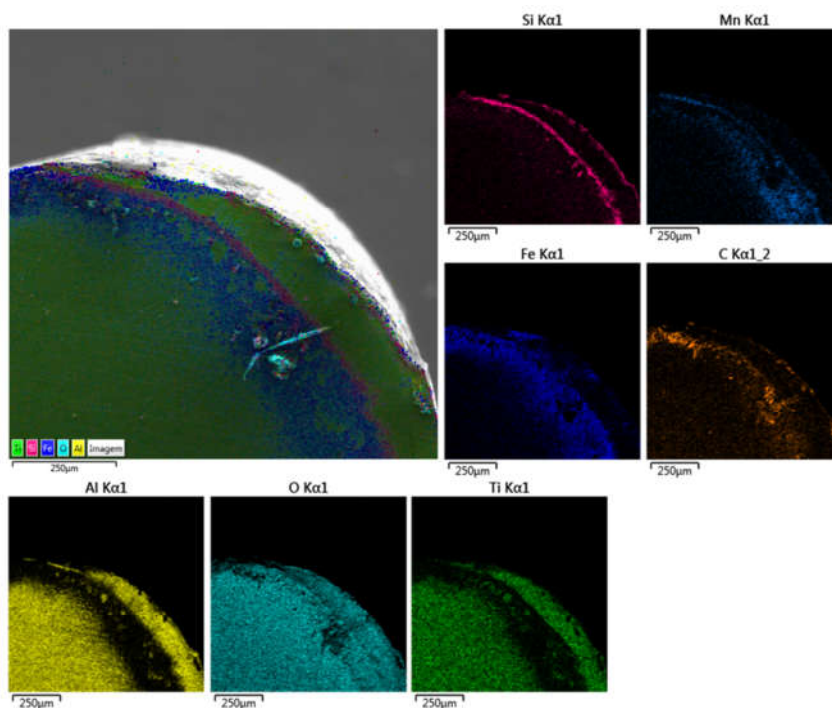
Assim, os resultados obtidos permitem concluir que o aumento da densificação da cerâmica AZ5T, promovido pela sinterização a 1600°C, além de reduzir a taxa de desgaste, altera significativamente o mecanismo de degradação da ferramenta de corte durante a usinagem, passando de um processo dominado por adesão para outro controlado por abrasão, comportamento mais desejável em ferramentas cerâmicas de corte.

A análise por espectroscopia de energia dispersiva (EDS) foi realizada nas ferramentas de corte comercial e na ferramenta AZ5T1600 desenvolvida nesta pesquisa, ambas selecionadas por apresentarem os melhores desempenhos de desgaste ao final dos testes de torneamento do ferro fundido cinzento. Por esse motivo, a investigação por EDS foi direcionada apenas a essas duas ferramentas, com o objetivo de compreender de forma mais detalhada os mecanismos envolvidos

no desgaste por adesão, uma das principais causas de comprometimento funcional em ferramentas cerâmicas.

A Figura 51 mostra imagens obtidas por EDS da ferramenta de corte comercial, composta por uma matriz de Al_2O_3 com reforço de TiC, revelando significativa presença dos elementos ferro, carbono, silício e manganês na superfície da ferramenta após o teste de torneamento. Esses elementos são característicos do ferro fundido cinzento, indicando que houve adesão do material usinado à ferramenta de corte durante o processo. Tal adesão compromete o desempenho da ferramenta, pois altera sua geometria de corte, favorece o surgimento de microtrincas e pode levar a falhas prematuras, além de interferir negativamente na qualidade superficial da peça usinada.

Figura 51 – EDS da ferramenta de corte comercial após usinagem do ferro fundido cinzento.

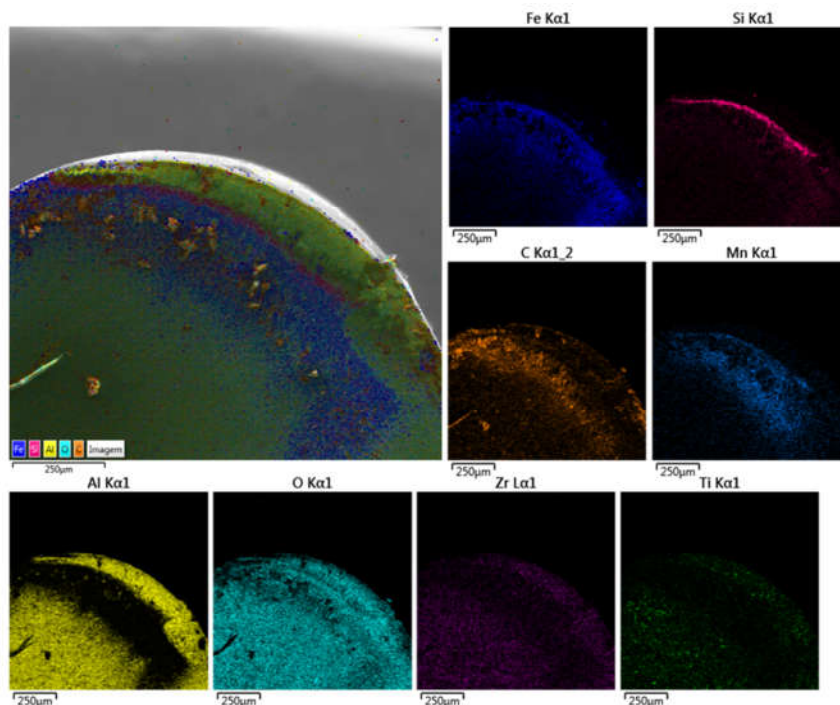


Fonte: A autora.

Em contrapartida, a ferramenta de corte AZ5T1600, formulada com matriz de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2$ e reforçada com TiN, apresentou, conforme mostrado na Figura 52, imagens de EDS com presença visivelmente menor desses mesmos elementos provenientes do ferro fundido cinzento. A distribuição de ferro e carbono sobre a superfície foi consideravelmente menos intensa, e os elementos silício e manganês

apareceram de forma mais discreta e homogênea, sem áreas de concentração indicativas de aderência localizada.

Figura 52 – EDS da ferramenta de corte AZ5T1600 após usinagem do ferro fundido cinzento.



Fonte: A autora.

A menor adesão observada na ferramenta de corte AZ5T1600 pode ser atribuída, em grande parte, à atuação do reforço TiN presente em sua composição. A presença da ZrO_2 contribui para aumentar a tenacidade à fratura da ferramenta de corte, tornando-a mais resistente a trincas e choques térmicos, enquanto o TiN confere elevada dureza e maior estabilidade química frente a materiais ferrosos, dificultando a fixação de resíduos metálicos na superfície da ferramenta durante o torneamento (Liu Q. et al, 2018; Lui C. et al, 2020; Lui B. et al, 2024). Esse comportamento evidencia que o TiN atua de forma positiva na redução da reatividade entre a ferramenta e o material usinado, contribuindo para uma interface mais estável e menos propensa à adesão.

No entanto, é importante destacar que o desempenho da ferramenta de corte é resultado da combinação de diversos fatores. Embora o TiN tenha demonstrado efeito positivo na estabilidade química, essa vantagem não foi suficiente para compensar a menor resistência mecânica da amostra sinterizada a

1500°C (AZ5T1500). Nessa condição, a fragilidade microestrutural e a presença de porosidades favoreceram o arrancamento de partículas e, conseqüentemente, um desgaste mais acentuado. Isso reforça que a atuação eficaz dos reforços depende diretamente da integridade da matriz cerâmica e das condições de sinterização adotadas.

Assim, os resultados obtidos reforçam a efetividade da composição proposta nesta tese. A ferramenta de corte AZ5T1600 demonstrou maior resistência ao desgaste por adesão em comparação com a ferramenta comercial, o que representa um avanço técnico relevante. Ao minimizar a adesão de material do ferro fundido cinzento, a ferramenta mantém sua integridade por mais tempo, reduzindo a frequência de trocas e proporcionando maior regularidade no processo de torneamento. Esse desempenho destaca a importância do desenvolvimento de composições cerâmicas otimizadas, como a proposta nesta pesquisa, para aplicações em processos industriais que exigem elevada resistência ao desgaste e estabilidade operacional, como é o caso do torneamento de ferro fundido cinzento.

4.8.3 Avaliação da rugosidade média (Ra) das superfícies usinadas

A Figura 53 apresenta a comparação da rugosidade superficial média (Ra) das peças de ferro fundido cinzento usinadas com os três tipos de ferramentas cerâmicas: a ferramenta comercial, a ferramenta AZ5T sinterizada a 1500°C e a ferramenta AZ5T sinterizada a 1600°C, em função do tempo de usinagem.

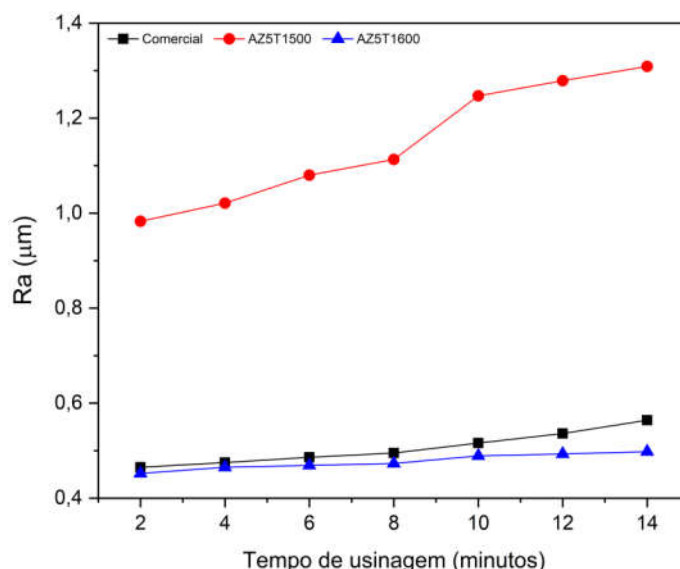
Observa-se que a ferramenta AZ5T sinterizada a 1500°C gerou os maiores valores de rugosidade ao longo de todo o ensaio, com um aumento progressivo de Ra de aproximadamente 0,95 μm para cerca de 1,3 μm entre 2 e 14 minutos de usinagem. Esse comportamento está associado ao desgaste mais acentuado sofrido por essa ferramenta, como já discutido anteriormente, o que compromete a qualidade da superfície usinada.

A ferramenta comercial apresentou desempenho intermediário, com valores de rugosidade variando de aproximadamente 0,45 μm a 0,6 μm . Embora tenha mantido certa estabilidade, nota-se um leve aumento de rugosidade ao longo do tempo, refletindo o desgaste gradual do fio de corte.

Por outro lado, a ferramenta AZ5T sinterizada a 1600°C obteve os melhores resultados, com os menores valores de Ra ao longo de toda a usinagem, variando

entre 0,45 μm e 0,5 μm . Essa estabilidade na rugosidade superficial indica que a ferramenta manteve sua integridade e afiação por mais tempo, o que confirma sua superioridade tanto em desempenho mecânico quanto na qualidade do acabamento superficial das peças usinadas.

Figura 53 – Evolução da rugosidade média (Ra) das superfícies usinadas de ferro fundido cinzento em função do tempo de usinagem com ferramentas de corte comercial, AZ5T sinterizada a 1500°C e AZ5T sinterizada a 1600°C.



Fonte: A autora

Com base nos resultados obtidos na usinagem do ferro fundido cinzento, conclui-se que a ferramenta AZ5T sinterizada a 1600°C (AZ5T1600) apresentou o melhor desempenho entre as ferramentas avaliadas, evidenciando menor desgaste de flanco, estabilidade no processo e rugosidade superficial significativamente inferior ao longo do tempo de usinagem. A microestrutura mais densa obtida com a sinterização em temperatura mais elevada foi determinante para sua maior resistência ao desgaste e manutenção da integridade do fio de corte. Em contraste, a ferramenta AZ5T1500 apresentou desgaste acentuado e aumento expressivo na rugosidade, comprometendo a qualidade da usinagem. A ferramenta comercial, embora tenha mantido desempenho estável, foi superada pela AZ5T1600 em todos os critérios analisados. A integração dos dados de desgaste, rugosidade e análises microestruturais permitiu validar a eficiência da ferramenta desenvolvida,

demonstrando seu potencial para aplicações industriais que exigem maior durabilidade da aresta de corte e melhor acabamento superficial em operações com ferro fundido cinzento.

5 CONCLUSÃO

A pesquisa desenvolvida nesta tese teve como objetivo o desenvolvimento e a caracterização de compósitos cerâmicos à base de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$, reforçados com TiN, buscando compreender os efeitos da adição do reforço particulado e das condições de sinterização sobre a microestrutura, densificação, propriedades mecânicas e desempenho durante a usinagem. Os resultados obtidos revelaram avanços importantes no entendimento e no controle do desempenho desses materiais, tanto do ponto de vista estrutural quanto funcional.

A caracterização mostrou que a adição de TiN promoveu aumentos consistentes na dureza dos compósitos, acompanhada de estabilidade estrutural e resistência ao desgaste, especialmente em composições com 3% e 5% em volume do reforço. Em contrapartida, observou-se uma tendência de queda na densificação com o aumento da quantidade de TiN, comportamento atribuído à baixa sinterabilidade do nitreto de titânio e à sua ação como barreira física nos mecanismos de difusão durante a sinterização. Ainda assim, mesmo com essa limitação, todas as composições apresentaram densidades superiores a 94% da densidade teórica.

A análise estatística realizada pelo teste de Tukey revelou diferenças significativas entre as composições em termos de densidade relativa, tamanho médio de grão e resposta mecânica. A amostra AZ1600, matriz pura sinterizada a 1600°C , apresentou a maior densidade relativa (97,2%), sendo mais densa do que todas as composições com TiN. Em contraste, os compósitos AZ3T e AZ5T, independentemente da temperatura, apresentaram densidades inferiores, evidenciando que a presença de reforço de TiN atua como fator limitante da densificação.

Quanto ao tamanho médio de grão da Al_2O_3 , as composições AZ3T1600 e AZ1T1600 apresentam maior crescimento de grão, demonstrando que o aumento de temperatura aliado à presença de reforço favorece o crescimento, apesar do efeito refinador parcial de ZrO_2 e do aditivo de sinterização MgO. Por outro lado, a amostra AZ1500, matriz pura sinterizada a 1500°C apresentou o menor tamanho médio de grão, evidenciando que o controle da temperatura é fundamental para o controle microestrutural.

A influência desses fatores se refletiu diretamente nas propriedades mecânicas. Os valores de dureza Vickers apresentaram correlação direta com a quantidade de TiN, com destaque para o compósito AZ5T1600, que atingiu o maior valor de dureza (19,01 GPa). Já o módulo de elasticidade variou pouco entre as amostras, mantendo-se na faixa de 366 a 372 GPa, com as variações estatisticamente relacionadas, principalmente, aos níveis de porosidade e não à quantidade de TiN adicionada.

Durante a usinagem, a presença de TiN favoreceu a integridade superficial das amostras, com menor incidência de lascamentos e trincas durante os testes de torneamento.

De forma geral, os resultados confirmam que a composição AZ5T1600 apresentou o melhor equilíbrio entre propriedades mecânicas, densidade, crescimento controlado de grão e desempenho em usinagem. Essa amostra, com 5% em volume de TiN, teve desempenho superior às demais composições avaliadas, reunindo elevada dureza, bom controle microestrutural e melhor desempenho no teste de usinagem. Embora tenha apresentado densidade inferior à matriz pura, foi a mais densa entre as composições contendo TiN.

Diante disso, os compósitos desenvolvidos nesta pesquisa mostram-se tecnicamente viáveis para aplicações em ambientes severos, como ferramentas de corte, elementos de máquinas, componentes expostos ao desgaste e peças estruturais de precisão. A interação entre os pós cerâmicos precursores, o método de sinterização eficiente e o controle da microestrutura consolidam um material de alto desempenho, processável e com potencial de inserção em setores industriais avançados.

6 TRABALHOS FUTUROS

Com base nos resultados alcançados nesta pesquisa, diversas possibilidades de continuidade podem ser exploradas, tanto para o aprofundamento dos conhecimentos técnicos obtidos quanto para a ampliação das aplicações práticas dos compósitos cerâmicos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ reforçados com TiN. A seguir, são apresentadas sugestões de trabalhos futuros que podem contribuir significativamente para o avanço da área:

- Estudo do comportamento tribológico e desgaste em variadas condições de torneamento, incluindo análise do desgaste de ferramentas, geração de calor, forças de corte e acabamento superficial. Esses dados são essenciais para otimizar o uso dos compósitos em aplicações que exigem precisão e resistência ao desgaste.
- Investigações do desempenho térmico dos compósitos, especialmente em ambientes de ciclos térmicos repetitivos, atmosferas oxidantes ou corrosivas, com o objetivo de avaliar sua durabilidade e estabilidade em aplicações de alta temperatura.
- Realizar a análise de viabilidade técnica e financeira para produção e prospecção para futura comercialização.
- Análise da influência de diferentes tamanhos e morfologias das partículas de TiN na microestrutura e nas propriedades finais dos compósitos. A variação no tamanho de grão do reforço pode impactar diretamente a densificação, a dispersão e a resposta mecânica dos materiais.
- Estudo da aplicação de compósitos híbridos ou multimodais, utilizando combinações de reforços (ex.: TiN + SiC ou TiN + grafeno), visando otimizar simultaneamente dureza, tenacidade, condutividade térmica e resistência à oxidação.

Essas frentes de pesquisa representam caminhos promissores para ampliar a compreensão e as aplicações dos compósitos cerâmicos estudados, oferecendo novas possibilidades para soluções tecnológicas mais eficientes e sustentáveis no setor de materiais avançados.

REFERÊNCIAS

ACCHAR, W.; CÂMARA, C. R. F.; CAIRO, C. A.; FILGUEIRA, M. Mechanical performance of alumina reinforced with NbC, TiC and WC. **Materials Research**, v. 15, n. 6, p. 821-824, 2012.

ACCHAR, W.; SEGADÃES, A. M. Properties of sintered alumina reinforced with niobium carbide. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 27, n. 2, p. 427-430, 2009.

ACCHAR, W.; SILVA, Y. B. F.; CAIRO, C. A. Mechanical properties of hot-pressed ZrO_2 reinforced with (W, Ti)C and Al_2O_3 additions. **Materials Science and Engineering A**, v. 527, p. 480-484, 2010.

ADACHI, K.; KATO, K.; CHEN, N. Wear map of ceramics. **Wear**, v. 203-204, p. 291-301, 1997. DOI: 10.1299/kikaic.63.1718.

AGUILAR-ELGUEZABAL, A.; BOCANEGRA-BERNAL, M. H. Alumina toughened zirconia nanocomposite incorporating Al_2O_3 whiskers. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 10, n. 12, p. 215-223, 2013.

AIGNER, K. Lattice parameters and thermal expansion of $Ti(C_xN_{1-x})$, $Zr(C_xN_{1-x})$, $Hf(C_xN_{1-x})$ and TiN_{1-x} from 298 to 1473 K as investigated by high-temperature X-ray diffraction. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 215, p. 121-126, 1994.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. ASTM G99-17: Standard test method for wear testing with a pin-on-disk apparatus. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2017.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. C1327-15: Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. West Conshohocken, USA, 2015.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. C373-88: Standard Test Method for Water Absorption, Bulk Density, Apparent Porosity, and Apparent Specific Gravity of Fired Whiteware Products. West Conshohocken, USA, 2024.

ANSTIS, G. R.; CHANTIKUL, P.; LAWN, B. R.; MARSHALL, D. B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: I, direct crack measurements. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 64, n. 9, p. 533-538, 1981.

ARAB, A.; SKTANI, Z. D. I.; ZHOU, Q.; AHMAD, Z. A.; CHEN, P. Effect of MgO addition on the mechanical and dynamic properties of zirconia toughened alumina (ZTA) ceramics. **Materials**, v. 12, n. 15, p. 2440, 2019.

ARAMIAN, A.; SADEGHIAN, Z.; RAZAVI, S. M. J.; BERTO, F. Room and high-temperature sliding wear behavior of in situ TiC-based cermet fabricated through selective laser melting. **Journal of Materials Engineering and Performance**, v. 30, p. 6777-6787, 2021.

ASHBY, M.; SHERCLIFF, H.; CEBON, D. Materials engineering, science, processing and design. London: Elsevier Ltd, 2007.

ASLANTAS, K.; UCUN, I.; CICEK, A. Tool life and wear mechanism of coated and uncoated $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiCN}$ mixed ceramic tools in turning hardened alloy steel. **Wear**, v. 274–275, p. 442–451, 2012.

ASMEC Advanced Surface Mechanics GmbH. Version 3 - User Manual. August, p. 1–140, 2014.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. ABNT NBR ISO 3685: Tool-life testing with single-point turning tools. Rio de Janeiro, 2017. 20 p.

AZHAR, A. Z. A.; MOHAMAD, H.; RATNAM, M. M.; AHMAD, Z. A. Effect of MgO particle size on the microstructure, mechanical properties and wear performance of ZTA–MgO ceramic cutting inserts. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 29, n. 4, p. 456–461, 2011.

B3B WEB-APP. Available at: http://webmath.unileoben.ac.at:8080/webMathematica/ISFK/B3B_strength_webApp.jsp. Acesso em: Set. 2024.

BADINI, C.; LIEDTKE, V.; EUCHBERGER, G.; CELASCO, E.; BIAMINO, S.; MARCHISIO, S.; MALFREY, J.; FINO, P. Self passivating behavior of multilayer SiC under simulated atmospheric re-entry conditions. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 32, n. 16, p. 4435–4445, 2012.

BAI, S., GUAN, L., DONG, B., ZHANG, Y., LI, G., ZHANG, X., LI, J., CHEN, Y., SONG, L., ZHAO, B., MIN, Z., ZHANG, R. Preparation of SiC ceramics reinforced with in-situ generated mullite by microwave sintering. **Ceramics International**, v. 49, n. 14, p. 23531-23537, 2023.

BARTOLOMÉ, J. F.; BELTRÁN, J. I.; GUTIERREZ-GONZÁLEZ, C. F.; PECHARROMÁN, C.; MUÑOZ, M. C.; MOYA, J. S. Influence of ceramic-metal interface adhesion on crack growth resistance of ZrO₂-Nb ceramic matrix composite. **Acta Materialia**, v. 56, p. 3358-3366, 2008.

BAYER, R. G. Mechanical wear fundamentals and testing. 2. ed. New York: Marcel Dekker Inc., 2004.

BEJINARIU, C.; PALEU, V.; STAMATE, C. V.; CIMPOEȘU, R.; COTEATĂ, M.; BĂDĂRAU, G.; CIMPOEȘU, N. Microstructural, corrosion resistance, and tribological properties of Al₂O₃ coatings prepared by atmospheric plasma spraying. **Materials**, v. 15, n. 24, p. 9013, 2022.

BERGER, C.; SCHEERER, H.; ELLERMEIER, J. Modern materials for forming and cutting tools – overview. **Materialwissenschaft und Werkstofftechnik**, v. 41, n. 1, p. 5–11, 2010.

BHUSHAN, B. Introduction to Tribology. 2 ed. Hoboken, United States: John Wiley and Sons Ltda, 2013.

BÖRGER, A.; SUPANCIC, P.; DANZER, R. The ball on three balls test for strength testing of brittle discs: stress distribution in the disc. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 22, p. 1425–1436, 2002.

BRAUN, J. H.; BAIDINS, A.; MARGANSKI, R. E. TiO₂ pigment technology: a review. **Progress in Organic Coating**, v. 20, p. 105-138, 1992.

BYRNE, G.; DORNFELD, D.; DENKENA, B. Advancing cutting technology. CIRP Annals - **Manufacturing Technology**, v. 52, n. 2, p. 483-507, 2003.

CALLISTER, W. D.; RETHWISCH, D. G. Ciências e engenharia de materiais: uma introdução. 10. ed. Rio de Janeiro: LTC, 2020.

CAO, Z., SUN, J., ZHANG, K., JI, W., CAI, K., LI, B., FAN, C. Advances in bulk TiB₂-based composites: Densification and toughening. Composites Part A: **Applied Science and Manufacturing**, v. 185, p. 108-318, 2024.

CARTER, C. Barry; NORTON, M. Grant. Ceramic Materials: Science and Engineering. 2nd ed. New York, NY: Springer, 2013.

CARVALHO, N. J. M. Characterization of TiN and TiN(Ti,Al)N multilayers. Low friction and wear resistant coatings. Online: microstructure and mechanical properties. Groningen: Groningen University Press, 2001.

CHEN, J.; WANG, W.; SUN, X.; SUN, G.; LIANG, Y. Microstructure and mechanical properties of nacre-like alumina ceramics toughened with zirconia. **Materials Science and Engineering: A**, v. 855, p. 143-908, 2022.

CHEN, W. H.; LIN, H. T.; CHEN, J.; NAYAK, P. K.; LEE, A. C.; LU, H. H.; CHENG, Y. T. Microstructure and wear behavior of spark plasma sintering sintered $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WC}$ -based composite. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 54, p. 279–283, 2016.

CHIANG, Y. M.; BIRNIE III, D.; KINGERY, W. D. Physical ceramics: principles for ceramic science and engineering. (The MIT Series in Materials Science and Engineering). New York: John Wiley and Sons, 1997.

CHIAVERINI, V. Aços e ferros fundidos: características gerais, tratamentos térmicos, principais tipos. 7. ed. São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2008. 599 p.

COBLE, R. L. Sintering crystalline solids. II. Experimental test of diffusion models in powder compacts. **Journal of Applied Physics**, v. 32, p. 787–792, 1961.

CONFEDERAÇÃO NACIONAL DA INDÚSTRIA (CNI). Indústria Brasileira – Portal da Indústria. Disponível em: <https://industriabrasileira.portaldaindustria.com.br/#/industria-total>. Acesso em: set. 2024.

CUI, H.; CHEN, Z.; XIAO, G.; JI, L.; YI, M.; ZHANG, J.; ZHOU, T.; XU, C. Mechanical properties and microstructures of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{TiC}/\text{TiB}_2$ ceramic tool material. **Crystals, Basel**, v. 11, n. 6, p. 637, 2021.

CUI, Tengjiao. Precision machining of hard-to-cut materials: current status and future directions. **International Journal of Advanced Computer Science and Applications**, v. 15, n. 10, p. 861-871, 2024.

CZICHOS, H.; KLAFFKE, D.; SANTNER, E.; WOYDT, M. Advances in tribology: the materials point of view. **Wear**, v. 190, n. 2, p. 155-161, 1995.

DANZER, R.; HARRER, W.; SUPANCIC, P.; LUBE, T.; WANG, Z.; BÖRGER, A. The ball on three balls test—Strength and failure analysis of different materials. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 27, n. 2-3, p. 1481-1485, 2007.

DE AZA, A. H.; CHEVALIER, J.; FANTOZZI, G. Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses. **Biomaterials**, v. 23, p. 937-945, 2002.

DINIZ, A. E.; MARCONDES, F. C.; COPPINI, N. L. Usinabilidade dos materiais. In: Tecnologia da usinagem dos materiais. 9. ed. São Paulo: Artliber, 2014.

DUBAR, M.; DUBOIS, A.; DUBAR, L. Wear analysis of tools in cold forging: PVD versus CVD TiN coatings. **Wear**, v. 259, n. 7-12, p. 1109-1116, 2005.

EL HAKIM, M. A.; ABAD, M. D.; ABDELHAMEED, M. M.; SHALABY, M. A.; VELDHUIS, S. C. Wear behavior of some cutting tool materials in hard turning of high speed steel (HSS). **Tribology International**, v. 44, n. 10, p. 1174–1181, 2011.

ESAKA, F.; FURUYA, K.; SHIMADA, M.; MATSUBAYASHI, N.; SATO, H.; NISHIJIMA, A.; KAWANA, A.; ICHIMURA, H.; KIKUCHI, T. Comparison of surface oxidation of titanium nitride and chromium nitride films studied by X-ray absorption and photoelectron spectroscopy. **Journal of Vacuum Science & Technology**, A, v. 15, p. 2521-2528, 1997.

ESPINOZA-FERNÁNDEZ, L.; BORRELL, A.; SALVADOR, M. D.; GUITÉRREZ-GONZÁLEZ, C. F. Sliding wear behavior of WC-Co-Cr₃C₂-VC composites fabricated by conventional and nonconventional techniques. **Wear**, v. 307, p. 60–67, 2013.

FANG, G.; GAO, X.; SONG, Y. A review on ceramic matrix composites and environmental barrier coatings for aero-engine: material development and failure analysis. **Coatings**, v. 13, p. 357, 2023.

FERRARESI, D. Fundamentos da usinagem dos metais. São Paulo: Edgard Blücher, 1970.

FISCHER, G. R.; MANFREDO, L. J.; McNALLY, R. N.; DOMAN, R. C. The eutectic and the liquidus in the Al₂O₃-ZrO₂ system. **Journal of Materials Science**, v. 16, p. 3447-3451, 1981.

GERMAN, R. M. Sintering: from empirical observations to scientific principles. Oxford: Butterworth-Heinemann – Elsevier, 2014.

GHOSH, T. B.; DHABAL, S.; DATTA, A. K. On crystallite size dependence of phase stability of nanocrystalline. **Journal of Applied Physics**, v. 94, n. 7, p. 4577-4582, 2003.

GOMMERINGER, A.; KERN, F. Mechanical properties and electrical discharge machinability of alumina-10 vol% zirconia-28 vol% titanium nitride composites. **Ceramics**, v. 3, n. 2, p. 199-209, 2020.

GONZÁLEZ, J. C., RODRÍGUEZ, M. Á., FIGUEROA, I. A., VILLAFUERTE-CASTREJÓN, M. E., DÍAZ, G. C. Development of AlN and TiB₂ composites with Nb₂O₅, Y₂O₃ and ZrO₂ as sintering aids. **Materials**, v 10, n 3, p. 324, 2017.

GRIGORIEV, S. N.; FEDOROV, S. V.; HAMDY, K. Materials, properties, manufacturing methods and cutting performance of innovative ceramic cutting tools – a review. **Manufacturing Review**, v. 6, p. 19, 2019.

HANNINK, R. H. J.; KELLY, P. M.; MUDDLE, B. C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramic. **Journal of The American Ceramic Society**, v. 83, n. 3, p. 461-487, 2000.

HARRER, W.; DANZER, R.; SUPANCIC, P.; LUBE, T. The ball on three balls test: strength testing of specimens of different sizes and geometries. In: PROCEEDINGS OF THE ECERS CONFERENCE, 2007, Verona. Proceedings [...]. Verona: ECerS, 2007. p. 1271-1275.

HAY, J.; AGEE, P.; HERBERT, E. Continuous stiffness measurement during instrumented indentation testing. **Society for Experimental Mechanics**, n. 9, p. 86-94, 2010.

HE, S.-J.; LUO, S.-C.; GUO, W.-M.; WEI, W.-X.; LIN, H.-T. Cutting performance improvement of Si₃N₄ ceramic cutting tools by adding boride. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 20, p. 1990-1996, 2023.

HERRING, C. Effect of change of scale on sintering phenomena. **Journal of Applied Physics**, v. 21, n. 4, p. 301-303, 1950.

HIRANO, M.; NAKAHARA, C.; OTA, K.; TANAIKE, O.; INAGAKI, M. Photoactivity and phase stability of ZrO₂-doped anatase-type TiO₂ directly formed as nanometer-sized particles by hydrolysis under hydrothermal conditions. **Journal of Solid State Chemistry**, v. 170, p. 39-47, 2003.

HIROTA, K.; YAGURA, H.; TAKAOKA, K.; KATO, M. Fabrication of TiN particle-dispersed Al_2O_3 composites utilizing high N_2 -pressure SHS. **Eurasian Chemico-Technological Journal**, v. 13, n. 3-4, p. 115–124, 2011.

HOTTA, M; GOTO, T. Densificação e microestrutura de compósitos Al_2O_3 -cBN preparados por sinterização por plasma de faísca. **Journal of the Ceramic Society of Japan**, v. 116, n. 1354, p. 744-748, 2008.

HOU, X. M.; HU, X. J.; CHOU, K. C. Kinetics of thermal oxidation of titanium nitride powder at different oxidizing atmospheres. **Journal of The American Ceramic Society**, v. 94, n. 2, p. 570-575, 2011.

HUSSAINOVA, I. Effect of microstructure on the erosive wear of titanium carbide-based cermets. **Wear**, v. 255, n. 1-6, p. 121-128, 2003.

IRSHAD, H. M., AHMED, B. A., EHSAN, M. A., KHAN, T. I., LAOUI, T., YOUSAF, M. R., HAKEEM, A. S. Investigation of the structural and mechanical properties of micro-/nano-sized Al_2O_3 and cBN composites prepared by spark plasma sintering. **Ceramics International**, v. 43, n. 14, p. 10645-10653, 2017.

LV, J., DU, Y., LOU, M., XU, K., CHANG, K. Enhancing mechanical properties of Ti (C, N)-based cermets via preparation with (Ti, W)(C, N) multi-component powder. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 108, p. 105-931, 2022.

JIANXIN, D.; ZHENXING, D.; DONGLING, Y.; HUI, Z.; XING, A.; JUN, Z. Fabrication and performance of Al_2O_3 /(W, Ti)C + Al_2O_3 /TiC multilayered ceramic cutting tools. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 4-5, p. 1039–1047, 2010.

KARA, L.; ÖZKAN, D.; YAĞCI, M. B.; SULUKAN, E.; SERT, Y.; SERT, T. S. Friction and wear behaviors of TiN coatings under dry and vacuum conditions. **Tribology Transactions**, v. 62, n. 3, p. 362-373, 2019.

KERN, F.; LAWITZKI, R. Properties of alumina 10 vol% zirconia composites—the role of zirconia starting powders. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 42, n. 2, p. 534-542, 2022.

KERN, F; PALMERO, P. Microstructure and mechanical properties of alumina nanocomposites with 5% volume zirconia prepared by powder coating and powder mixing. **Ceramics International**, v. 39, n. 1, p. 673–682, 2013.

KINGERY, W. D.; BOWEN, H. K.; UHLMANN, D. R. Introduction to ceramics. 2. ed. New Jersey: Wiley Interscience, 1976.

KLOCKE, F. Manufacturing Processes 1: Cutting. RWTH Ed. Germany: Springer, 2011.

KOMRATOV, G. N. The oxidation kinetics of titanium carbide, nitride, and carbonitride powders in air. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics**, v. 36, n. 9-10, 1997.

KRAFA, M.; LEMBERK, L.; PETKOV, N.; SVOBODOVÁ, L.; BAKALOVA, T. Comparison of mechanical and tribological properties of TiN and ZrN coatings deposited by arc-PVD. **Manuf. Technol.**, v. 23, p. 194-203, 2023.

KUMAR, A. S.; DURAI, A. R.; SORNAKUMAR, T. Wear behavior of alumina based ceramic cutting tools on machining steels. **Tribologia International**, v. 39, n. 3, p. 191-197, 2006.

KUMAR, D., RAJAK, S. K., SEETHARAM, R., SINGH, H. Effect of Y_2O_3 additive on mechanical and wear behaviour of hBN reinforced SiC ceramic matrix composite. **Materials Today: Proceedings**, v. 87, p. 193-196, 2023.

KUMAR, S.; SINGH, A. P. Characterization of surface properties of TiC ceramic coating developed on AISI 1020 steel. **Surfaces and Interfaces**, v. 46, p. 103-960, 2024.

KUWAHARA, H.; MAZAKI, N.; TAKAHASHI, M.; WATANABE, T.; YANG, X.; AIZAWA, T. Mechanical properties of bulk sintered titanium nitride ceramics. **Materials Science and Engineering A**, v. 319-321, p. 687-691, 2001.

LAARZ, E.; CARLSSON, M.; VIVIEN, B.; JOHNSON, M.; NYGREN, M.; BERGSTRÖM, L. Colloidal processing of Al_2O_3 -based composites reinforced with TiN and TiC particulates, whiskers and nanoparticles. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 21, n. 8, p. 1027-1035, 2001.

LI, J.; GAO, L.; GUO, J. Mechanical properties and electrical conductivity of TiN- Al_2O_3 nanocomposites. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 23, n. 1, p. 69-74, 2003.

LI, J.; CAI, Q.; LUO, G.; ZHONG, X.; SHEN, Q.; TU, R.; GUO, X.; DING, R. Zirconia-toughened alumina ceramics via intragranular structure formation. **Materials**, v. 17, n. 6, p. 1309, 2024.

LIDE, D. R. Handbook of Chemistry and Physics. 84. ed. CRC Press LLC, 2004.

LIKE, Q; WU, B; ZHANG, L; ZHANG, Y; ZHANG, Y. Types, performance and application of Al_2O_3 -based ceramic cutting tools. **Journal of Rare Earths**, v. 25, p. 322-326, 2007.

LIU, B; CUI, G; SUN, J; QIAO, J; ZHANG, L. Fabrication and mechanical properties of TiN whisker toughening TiB_2 based ceramic cutting tool composite. **Ceramics International**, v. 50, p. 1874–1878, 2024.

LIU, C.; SUN, J.; LI, G.; LI, B.; GONG, F. Fabrication, mechanical properties and fracture behaviors of the laminated Al_2O_3 – ZrB_2 – $\text{MgO}/\text{Al}_2\text{O}_3$ –TiN– MgO ceramic composite. **Ceramics International**, v. 46, n. 1, p. 857–865, 2020.

LIU, Q.; QI, F.; WU, J.; ZHANG, L.; SHI, G.; WANG, Z. Effects of TiN addition on the properties of hot pressed TiN–Ti/ Al_2O_3 composites. **Ceramics International**, v. 44, n. 10, p. 11136–11142, 2018.

LO CASTO, S.; VALVO, E. L.; RUISI, V. F.; LUCCHINI, E.; MASCHIO, S. Wear mechanism of ceramic tools. **Wear**, v. 160, n. 2, p. 227–235, 1993.

MACA, K.; POUCHLÝ, V.; BODIŠOVÁ, K.; ŠVANČÁREK, P.; GALUSEK, D. Densification of fine-grained alumina ceramics doped by magnesia, yttria and zirconia evaluated by two different sintering models. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 34, n. 16, p. 4363–4372, 2014.

MACHADO, Á. R.; ABRÃO, A. M.s; COELHO, R. T.; SILVA, M. B. da. Teoria da usinagem dos materiais. 3. ed. São Paulo: Edgard Blücher Ltda, 2015.

MAKIREDDI, D.; GHUGE, V. D.; BEHERA, A. Use of powder bath sintering for the fabrication of hard ceramic tools. **Materials and Manufacturing Processes**, v. 37, n. 2, p. 160-168, 2022.

MAKIREDDI, D.; GHUGE, V. D.; BEHERA, A.; PURI, Y. M.; THAKARE, G.; THAWRE, M. M. Enhancing the hardness of alumina-zirconia-CNT composites using alumina-graphite powder bath to provide homogeneous sintering. **Advances in Applied Ceramics**, v. 122, n. 2, p. 57-68, 2023.

MANGALARAJA, R. V.; CHANDRASEKHAR, B. K.; MANOHAR, P. Effect of ceria on the physical, mechanical and thermal properties of yttria-stabilized zirconia

toughened alumina. **Materials Science and Engineering: A**, v. 343, n. 1-2, p. 71-75, 2003.

MASUDA, M.; SATO, T.; KORI, T.; CHUJO, Y. Cutting performance and wear mechanism of alumina-based ceramic tools in machining austempered ductile iron. **Wear**, v. 174, n. 1-2, p. 147-153, 1994.

MD IDRIS, A. N.; MALEQUE, M. A.; YAACOB, I. I.; NASIR, R. M.; MRIDHA, S.; BAKER, T. N. Microstructural aspects of wear behaviour of TiC coated low alloy steel. **Materials Science and Technology**, v. 32, n. 4, p. 303-307, 2016.

MEENA, K. L.; KARUNAKAR, D. Benny. Effect of ZrO_2 and MgO added in alumina on the physical and mechanical properties of spark plasma sintered nanocomposite. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 81, p. 281-290, 2019.

MEENA, K. L.; VIDYASAGAR, Ch. S.; BENNY KARUNAKAR, D. Mechanical and tribological properties of MgO/multiwalled carbon nanotube-reinforced zirconia-toughened alumina composites developed through spark plasma sintering and microwave sintering. **Journal of Materials Engineering and Performance**, p. 1-15, 2022.

MIYOSHI, K.; FARMER, S. C.; SAIYR, A. Wear properties of two-phase Al_2O_3/ZrO_2 (Y_2O_3) ceramics at temperatures from 296 to 1073 K. **Tribology International**, v. 38, n. 11-12, p. 974-986, 2005.

MNATSAKANYAN, E.; VII'K, Yu. N.; PAPUTSKII, Yu. N.; KOZLOVSKII, L. V.; ORDAN'YAN, S. S. Interfacial reaction and mass transport of the components in the Al_2O_3 -TiN system during sintering. **Poroshkovaya Metallurgiya**, v. 11, n. 275, p. 32-38, 1986.

MUÑOZ, M. C.; GALLEGO, S.; BELTRÁN, J. I.; CERDÁ, J. Adhesion at metal- ZrO_2 interfaces. **Surface Science Reports**, v. 61, p. 303-344, 2006.

MURANO, A.; FUNABIKI, H.; SEKIYA, T. Change in electronic state of nitrogen in oxidized titanium nitride. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 168, p. 110-817, 2022.

OJAIMI, C. L.; FERREIRA, J. A.; CHINELATTO, A. L.; CHINELATTO, A. S. A.; PALLONE, E. M. D. J. A. Microstructural analysis of ZrO_2/Al_2O_3 composite: Flash and conventional sintering. **Ceramics International**, v. 46, n. 2, p. 2473-2480, 2020.

OKAMOTO, H. N-Ti (Nitrogênio-Titânio). J. Equilíbrio de fase. Difuso.34, 151–152 (2013).

OLIVER, W. C.; PHARR, G. M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. **Journal Materials Research Society**, v. 7, p. 1564–1583, 1992.

OSTROVOY, D.; ORLOVSKAYA, N.; KOVYLYAEV, V.; FIRSTOV, S. Mechanical properties of toughened $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--ZrO}_2\text{--TiN}$ ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 18, n. 4, p. 381-388, 1998.

PICONI, C.; MACCAURO, G. Zirconia as a ceramic biomaterial. **Biomaterials**, v. 20, n. 1, p. 1-25, 1999.

PIERSON, H. O. Handbook of refractory carbides and nitrides: properties, characteristics, processing and applications. United States: Noyes Publications, 1997.

RAK, Z. S.; CZECHOWSKI, J. Manufacture and properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--TiN}$ particulate composites. **Journal of The European Ceramic Society**, v. 18, p. 373-380, 1997.

RASHID, M., IBRAHIM, M., KHAN, S., AHMED, S. Advances in Materials Science and Engineering: Breaking Boundaries with Ceramic Matrix Composites. **Advances in Materials Science and Engineering**, v. 2024, p. 1-33, 2024.

SALEM, R. E.; GUITÉRREZ-GONZÁLEZ, C. F.; BORRELL, A.; SALVADOR, M. D.; CHINELATTO, A. L.; CHINELATTO, A. S.; PALLONE, E. M. Dry-sliding wear behavior of 3Y-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3\text{--NbC}$ nanocomposites produced by conventional sintering and spark plasma sintering. **International Journal of Applied Ceramic Technology**, v. 16, n. 3, p. 1265-1273, 2018.

SALEM, R. E. P. Development of $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ and $\text{ZrO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3\text{--NbC}$ using conventional and non-conventional sintering. 2017. Thesis (Doctorate) – Universidade de São Paulo, Faculdade de Zootecnia e Engenharia de Alimentos, Pirassununga, 2017.

SANDVIK COROMANT. Catalogs and manuals in PDF format or online publications. Available at: <https://www.sandvik.coromant.com/pt-pt/downloads>. Acesso em: Abril 2024.

SANTECCHIA, E.; HAMOUDA, A. M. S.; MUSHARAVATI, F.; ZALNEZHAD, E.; CABIBBO, M.; SPIGARELLI, S. Wear resistance investigation of titanium nitride-based coatings. **Ceramics International**, v. 41, n. 9, p. 10349–10379, 2015.

SCHERM, F.; VÖLKL, R.; NEUBRAND, A.; BOSBACH, F.; GLATZEL, U. Mechanical characterization of interpenetrating network metal-ceramic composites. **Materials Science and Engineering**, v. 527, p. 1260-1265, 2010.

SENGUPTA, P.; BHATTACHARJEE, A.; MAITI, H. S. Zirconia: a unique multifunctional ceramic material. **Transactions of the Indian Institute of Metals**, v. 72, p. 1981–1998, 2019.

SILVA, M. V.; STAINER, D.; AL-QURESHI, H. A.; HOTZA, D. Blindagens cerâmicas para aplicações balísticas: uma revisão. **Cerâmica**, v. 60, n. 355, p. 323-331, 2014.

SKTANI, Z. D. I.; ARAB, A.; MOHAMED, J. J.; AHMAD, Z. A. Effects of additives additions and sintering techniques on the microstructure and mechanical properties of Zirconia Toughened Alumina (ZTA): A review. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 106, p. 105-870, 2022.

SHRIVASTAVA, S; RAJAK, D. K.; JOSHI, T.; SINGH, D. K.; MONDAL, D. P. Ceramic Matrix Composites: Classifications, Manufacturing, **Properties, and Applications Ceramics**, v. 2024, n. 7, p. 652-679, 2024.

SZUTKOWSKA, M.; BONIECKI, M.; PODSIADŁO, M.; KALINKA, A. Properties of tool composites based on alumina, reinforced with titanium carbonitride. **Mechanik**, v. 91, n. 5-6, p. 438-442, 2019.

VAN DER BIEST, O.; VLEUGELS, J. Perspectives on the development of ceramics composites for cutting tool applications. **Key Engineering Materials**, v. 206-213, p. 955-960, 2002.

VAZQUEZ, S. I. S.; NANKO, M. Oxidation of TiN_{1-x} as an alternative for the preparation of N-doped TiO_2 photocatalyst. Nagaoka: Nagaoka University of Technology, 2014.

WANG, Z.; NAKAMURA, T. Simulations of crack propagation in elastic-plastic graded materials. **Mechanics of Materials**, v. 36, p. 601-622, 2004.

WANG, X., ZHAO, J., CUI, E., TIAN, X., SUN, Z. Effect of interfacial structure on mechanical properties of graphene reinforced Al_2O_3 -WC matrix ceramic composite. **Nanomaterials**, v. 11, n. 6, p. 1374, 2021.

WANG, X., ZHAO, J., GAN, Y., TANG, X., GAI, S., SUN, X. Cutting performance and wear mechanisms of the graphene-reinforced Al_2O_3 -WC-TiC composite ceramic tool in turning hardened 40Cr steel. **Ceramics International**, v. 48, n. 10, p. 13695-13705, 2022.

WHITNEY, E. D. Ceramic cutting tools: materials development and performance. Park Ridge: Noyes Publications, 1994.

WICKRAMASINGHE, K. C.; SASAHARA, H; RAHIM, E; PERERA, G. I. P. Green metalworking fluids for sustainable machining applications: A review. **Journal of Cleaner Production**, v. 257, p. 120-552, 2020.

XU, C. H.; FENG, Y. M.; ZHANG, R. B.; ZHAO, S. K.; XIAO, X.; YU, G. T. Wear behavior of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ti}$ (C, N)/SiC new ceramic tool material when machining tool steel and cast iron. **Journal of Materials Processing Technology**, v. 209, n. 10, p. 4633-4637, 2009.

YAN, Z.; JIANG, D.; GAO, X.; HU, M.; WANG, D.; FU, Y.; SUN, J.; FENG, D.; WENG, L. Friction and wear behavior of TiN films against ceramic and steel balls. **Tribology International**, v. 124, p. 61-69, 2018.

ZHANG, X. H.; LIU, C. X.; LI, M. S.; ZHANG, J. H.; SUN, J. L. Toughening mechanism of alumina matrix ceramic composites with the addition of AlTiC master alloys and ZrO_2 . **Ceramics International**, v. 35, n. 1, p. 93-97, 2009.

ZHAO, J.; YUAN, X.; ZHOU, Y. Processing and characterization of an Al_2O_3 -WC-TiC micro-nano-composite ceramic tool material. **Materials Science and Engineering: A**, v. 527, n. 7-8, p. 1844-1849, 2010.

ZHAO, J.; YUAN, X.; ZHOU, Y. Cutting performance and failure mechanisms of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{WC}/\text{TiC}$ micro-nano-composite ceramic tool. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 28, n. 3, p. 330-337, 2010.

ZHANG, Z., XU, Y., YI, M., JIANG, S., CHEN, Z., XIAO, G., XU, C. Synthesis and characterization of extremely hard and strong (W, Ti, Ta) C cermet by spark plasma sintering. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 105, p. 831, 2022.

ZHANG, Y., CHEN, C., XIONG, J., GUO, Z., LIU, J., YOU, Q., JIA, X. Effects of nano- Al_2O_3 addition on microstructure, mechanical properties, and wear resistance of Ti (C, N)-based cermets. **International Journal of Refractory Metals and Hard Materials**, v. 115, p. 106-290, 2023.

ZHAO, Y.; DENG, J.; LI, W.; LIU, J.; YUAN, W. Grain growth behavior of alumina in zirconia-toughened alumina (ZTA) ceramics during pressureless sintering. **Crystals**, v. 15, n. 1, p. 89, 2025.

ZHU, L.; XU, Y.; LIU, S.; CHEN, H.; TAO, J.; TONG, X.; LI, Y.; HUANG, S.; LIN, J.; WEN, C.; MA, J. Microstructure, mechanical properties, friction and wear performance, and cytotoxicity of additively manufactured zirconia-toughened alumina for dental applications. *Composites Part B: Engineering*, v. 250, p. 110459, 2023.

ŽMAK, I.; ĆORIĆ, D.; MANDIĆ, V.; ĆURKOVIĆ, L. Hardness and indentation fracture toughness of slip cast alumina and alumina-zirconia ceramics. **Materials**, v. 13, n. 1, p. 122, 2019.