



Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Centro de Tecnologia e Ciências

Faculdade de Engenharia

Alessandra Susanne Viana Ragone Lopes

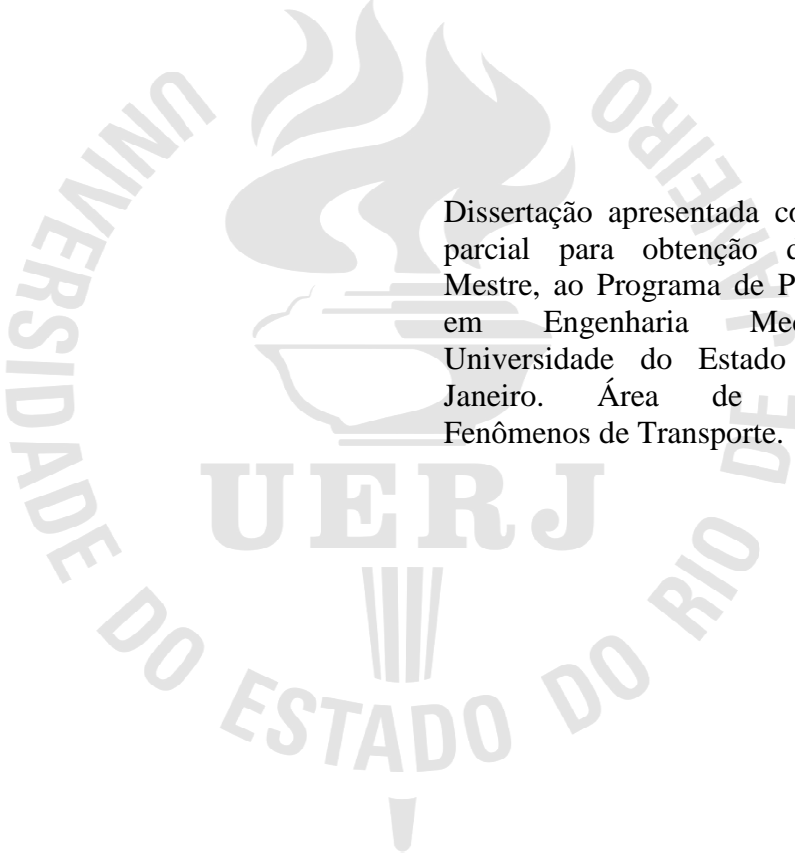
Determinação por Ultrassom de Constantes Elásticas de Pastilhas de Alumina Utilizadas em Varetas Combustíveis de Reatores Nucleares

Rio de Janeiro

2014

Alessandra Susanne Viana Ragone Lopes

**Determinação por ultrassom de constantes elásticas de pastilhas de alumina
utilizadas em varetas combustíveis de reatores nucleares.**



Dissertação apresentada como requisito parcial para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Fenômenos de Transporte.

Orientador: Prof. Mauro Carlos Lopes Souza

Coorientador: Prof. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt

Rio de Janeiro

2014

CATALOGAÇÃO NA FONTE

UERJ / REDE SIRIUS / BIBLIOTECA CTC/B

L864 Lopes, Alessandra Susanne Viana Ragone.
Determinação por ultrassom de constantes elásticas de pastilhas de alumina utilizadas em varetas combustíveis de reatores nucleares / Alessandra Susanne Viana Ragone Lopes. – 2014.
64 f.

Orientador: Mauro Carlos Lopes Souza
Coorientador: Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt
Dissertação (Mestrado) – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Engenharia.

1. Engenharia Mecânica. 2. Reatores – Dissertações. 3. Alumina -- Dissertações. 4. Combustíveis - Dissertações. I. Souza, Mauro Carlos Lopes. II. Universidade do Estado do Rio de Janeiro. III. Título.

CDU 621.039.542

Autorizo, apenas para fins acadêmicos e científicos, a reprodução total ou parcial desta dissertação, desde que citada a fonte.

Assinatura

Data

Alessandra Susanne Viana Ragone Lopes

**Determinação por ultrassom de constantes elásticas de pastilhas de alumina
utilizadas em varetas combustíveis de reatores nucleares.**

Dissertação apresentada como requisito para obtenção do título de Mestre, ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Mecânica, da Universidade do Estado do Rio de Janeiro. Área de concentração: Fenômenos de Transporte.

Aprovado em

Banca Examinadora:

Prof. Mauro Carlos Lopes Souza, D.Sc. (Orientador)

Faculdade de Engenharia - UERJ

Prof. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt, D.Sc. (Coorientador)

Instituto de Engenharia Nuclear - IEN/CNEN

Prof. Francisco José da Cunha Pires Soeiro, Ph.D.

Faculdade de Engenharia - UERJ

Prof.. Antônio Marinho Júnior, D.Sc.

Faculdade de Engenharia - UERJ

Prof.. Orlando João Agostinho Gonçalves Filho, Ph.D.

Instituto de Engenharia Nuclear - IEN/CNEN

Prof. João da Cruz Payão Filho, Dr.- Ing

PEMM/COPPE/ UFRJ

Rio de Janeiro

2014

DEDICATÓRIA

A Deus.

Aos meus pais:

Raimundo Nonato Viana Valente (in memoriam)

Obrigado, pai, por todo amor e carinho que nunca esquecerei.

Francisca Aurélia Viana Valente

Obrigada, mãe, pela perseverança de sempre estar me apoiando em todos os momentos.

Ao meu irmão: Marcus Aurélio Viana Valente, pela sua amizade e lealdade.

Ao meu marido: Luiz Roberto Ragone Lopes, sempre ao meu lado e com certeza que sem o seu total apoio não teria chegado até aqui.

Ao meu filho: Luiz Phillippe Viana Ragone Lopes, a maior realização de toda a minha vida, obrigada pelo carinho, apoio e desculpe pelos momentos de ausência.

AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador, prof. Mauro Carlos Lopes Souza por toda a sua dedicação durante os anos do curso, bem como para a realização deste trabalho e aos professores do PPG-EM da UERJ, colaboradores, funcionários da secretaria e um agradecimento especial à Renata, por toda atenção e dedicação ao longo destes anos de curso.

Ao meu co-orientador, prof. Marcelo de Siqueira Queiroz Bittencourt, pelo grande estímulo e envolvimento no projeto, o que facilitou muito o desenvolvimento deste trabalho.

Aos profs. Francisco J. C. P. Soeiro e Orlando J. A. Gonçalves Filho, pelo incentivo e as sugestões na conclusão final deste trabalho.

Aos funcionários do IEN, principalmente ao pessoal do laboratório, Manoel Fonseca pela orientação quanto a instrumentação e orientação quanto a dissertação desse trabalho e ao Físico Daniel Martorelli pela ajuda na utilização dos equipamentos.

A Douglas Baroni pela atenção dedicada e ao entusiasmo para a realização desse projeto.

Um agradecimento especial à Eng. Ana Elis do Laboratório de Materiais do Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo e toda a sua equipe, pelo carinho e atenção que foi dado a esse trabalho pelo preparo das amostras e consultas técnicas.

Ao CTMSP pelo apoio dado para a realização deste trabalho e à direção da Universidade de Estado do Rio de Janeiro.

E a todos que de alguma forma contribuíram direta ou indiretamente para este trabalho.

RESUMO

LOPES, Alessandra Susanne Viana Ragone. *Determinação por ultrassom de constantes elásticas de pastilhas de alumina utilizadas em varetas combustíveis de reatores nucleares*. 2014. 64f. Dissertação (Mestrado em Engenharia Mecânica) – Faculdade de Engenharia, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Rio de Janeiro, 2014.

Pastilhas de dióxido de urânio (UO_2) são empregadas como combustível nos reatores nucleares de potência, onde as condições operacionais introduzem elevados gradientes térmicos nas pastilhas. Potências elevadas propiciam a fusão da parte central das pastilhas. O inchamento das pastilhas de dióxido de urânio (UO_2), decorrente dos produtos de fissão, pode causar o trincamento do material, em função disso, o estudo do seu comportamento mecânico é importante. Esse trabalho avaliou a aplicação de método ultrassônico na obtenção de constantes elásticas. Em função das dificuldades no manuseio do material nuclear, optou-se por um estudo comparativo em pastilhas de alumina (Al_2O_3). Foram fabricados e usados dois conjuntos de 10 pastilhas de Al_2O_3 com densidades de 92% e 96%. Foi desenvolvida técnica ultrassônica por transmissão obtendo medidas do tempo de percurso de ondas ultrassônicas, longitudinais e transversais, usadas para a determinação das constantes elásticas do material. Equações relacionando a velocidade da onda ultrassônica ao módulo de elasticidade, módulo de cisalhamento e coeficiente de Poisson, permitiram obter essas constantes elásticas, que apresentaram excelente concordância com a literatura disponível para o Al_2O_3 .

Palavras-chave: Ultrassom; Onda Ultrassônica; Constantes Elásticas; Alumina.

ABSTRACT

Uranium dioxide pellets (UO_2) are used as fuel in nuclear power reactors, where operational conditions introduce high thermal gradients in the pellets. High powers cause the fusion in the center of the pellet. The swelling of uranium dioxide pellets (UO_2) pellets, resulting from the fission products, causes cracking of the material and it is important to study their behavior. This study evaluated the application of the ultrasonic method in obtaining elastic constants. Due to the difficulties in handling nuclear material, we chose a comparative study in tablets of alumina (Al_2O_3). Were made and used two sets of pellets 10 Al_2O_3 with densities of 92% and 96%. Ultrasonic transmission technique was used for obtaining measurements of the travel time of the ultrasonic longitudinal and transverse waves. These are used for determining the elastic constants of the material. Equations relating material density and velocity of the ultrasonic wave to the elasticity, shear and Poisson's modules have led to these elastic constants, which showed excellent agreement with literature available for Al_2O_3 .

Keywords: Ultrasound, Ultrasonic Wave; Elastic Constants; Alumina.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	Os átomos se difundem dos pontos de contato para aumentar a área.	Pág 17
Figura 2	Estrutura dos poros no estágio intermediário da sinterização e possível microestrutura final.	18
Figura 3	Divisão em faixas de frequências das ondas mecânicas.	23
Figura 4	Propagação das ondas ultrassônicas longitudinais	24
Figura 5	Propagação das ondas ultrassônicas transversais.	26
Figura 6	Exemplo de esquema de um transdutor tipo SE acoplado à superfície.	28
Figura 7	Exemplo de esquema de transdutores sendo utilizados no modo transmissão.	29
Figura 8	Exemplo de esquema de transdutor sendo utilizado no modo pulso eco.	30
Figura 9	Curva Tensão x Deformação (σ x ϵ).	32
Figura 10	Curva Tensão x Deformação (σ x ϵ) da alumina	32
Figura 11	Barra submetida à tensão uniaxial.	34
Figura 12	Esquema do sistema ultrassônico para obtenção do sinal de referência para as medidas dos tempos de percurso das ondas ultrassônicas.	43
Figura 13	Esquema da obtenção dos sinais das ondas ultrassônicas com a colocação da pastilha.	44
Figura 14	Obtenção dos sinais das ondas ultrassônicas.	45
Figura 15	Transdutores de ondas longitudinais, sendo gerado o sinal para a obtenção do tempo de percurso da onda longitudinal na pastilha . . .	46
Figura 16	Transdutores de ondas transversais, sendo gerado o sinal para a obtenção do tempo de percurso da onda transversal na pastilha . . .	47
Figura 17	Gráfico de ajuste polinomial dos valores do módulo de elasticidade (E) x densidade relativa (%) da literatura.	56
Figura 18	Gráfico de ajuste polinomial dos valores do módulo de cisalhamento (G) x densidade relativa (%) da literatura.	57

LISTA DE TABELAS

		Pág
Tabela 1	Velocidade da onda longitudinal para diversos meios.	25
Tabela 2	Velocidade da onda transversal para diversos meios.	27
Tabela 3	Pastilhas de alumina com 96% de densidade relativa.	48
Tabela 4	Pastilhas de alumina com 92% de densidade relativa	49
Tabela 5	Pastilhas 96% de densidade – Tempo de percurso de ondas longitudinais.	50
Tabela 6	Velocidades das ondas ultrassônicas longitudinais obtidas para as pastilhas de alumina com 96% de densidade.	50
Tabela 7	Pastilhas 96% de densidade – Tempo de percurso de ondas transversais.	51
Tabela 8	Velocidades das ondas ultrassônicas transversais obtidas para as pastilhas de alumina com 96% de densidade.	51
Tabela 9	Pastilhas 92% de densidade – Tempo de percurso de ondas longitudinais	52
Tabela 10	Velocidades das ondas ultrassônicas longitudinais obtidas para as pastilhas de alumina com 92% de densidade.	52
Tabela 11	Pastilhas 92% de densidade – Tempo de percurso de ondas transversais.	53
Tabela 12	Velocidades das ondas ultrassônicas transversais obtidas para as pastilhas de alumina com 92% de densidade.	53
Tabela 13	Valores médios de densidade e altura das pastilhas de alumina e do tempo de percurso das ondas ultrassônicas. Velocidades ultrassônicas medida na alumina 96% e 92% de densidade.	54
Tabela 14	Dados das constantes elásticas experimentais.	54
Tabela 15	Comparação das constantes elásticas da literatura e dos valores obtidos experimentalmente para a pastilha de 96% e 92% de densidade.	55
Tabela 16	Densidade relativa x E(GPa) x G(GPa) da literatura.	56

SUMÁRIO

	Pág
INTRODUÇÃO.....	11
1 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....	16
1.1 Conceitos básicos sobre processamentos cerâmicos.....	16
1.2 Preparação das massas de compactação.....	16
1.3 Sinterização.....	16
1.4 Efeitos da sinterização sobre o material cerâmico.....	17
1.4.1 Efeito da sinterização sobre a estrutura dos poros.....	17
1.4.2 Efeito da sinterização sobre crescimento dos grãos.....	19
1.5 Conformação.....	20
1.6 Acabamentos superficiais.....	21
1.7 A física do ultrassom.....	22
1.7.1 Considerações gerais.....	22
1.7.2 Frequência, velocidade e comprimento de onda.....	22
1.7.3 Tipos de ondas.....	23
1.7.4 Ondas longitudinais.....	23
1.7.5 Ondas transversais.....	25
1.8 Transdutores.....	27
1.8.1 Acoplantes.....	28
1.8.2 Método de utilização dos transdutores.....	29
1.8.3 Transmissão.....	29
1.8.4 Pulso-eco.....	29
1.9 Propriedades mecânicas dos materiais.....	30
1.9.1 Constantes elásticas.....	30
1.9.2 O módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson.....	33
1.9.3 Fatores que afetam as constantes elásticas.....	35
1.9.4 Determinação de propriedades elásticas de materiais.....	36
1.9.5 Cálculo indireto do módulo de Young da alumina por ultrassom....	36
2 MATERIAIS E METODOLOGIA.....	39
3 RESULTADOS E DISCUSSÃO.....	48

3.1	Tabela das densidades.	48
3.2	Valores dos tempos e velocidades transversais e longitudinais para pastilhas de 96% de densidade.	49
3.2.1	Medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais.. . . .	49
3.2.2	Medidas de tempo de percurso das ondas transversais.	51
3.3	Valores dos tempos e velocidades transversais e longitudinais para pastilhas de 92% de densidade.. . . .	52
3.3.1	Medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais.	52
3.3.2	Medidas de tempo de percurso das ondas transversais.	53
3.4	Cálculos para a obtenção das constantes elásticas da alumina.	54
4	CONCLUSÕES.	59
5	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.	60
	REFERÊNCIAS	

INTRODUÇÃO

Com o novo Programa Nuclear Brasileiro (PNB) apresentado em 18 de agosto de 2008 pelo governo federal, [1] o país ganha recursos para investir em diversos programas de desenvolvimento da tecnologia nuclear. Os objetivos e metas propostos para a retomada de desenvolvimento do PNB, que ficou estagnado nos últimos anos devido à falta de respaldo político e à escassez de investimentos, abrangem os setores de energia (usinas nucleares), defesa (propulsão naval de submarinos), produção de combustível nuclear (prospecção mineral, mineração, conversão e enriquecimento de urânio), aplicações nucleares (medicina, indústria, agrícola e pesquisa e desenvolvimento), juntamente com o gerenciamento de rejeitos radioativos e o licenciamento, controle e fiscalização da segurança e impacto ambiental das instalações nucleares.

No cenário onde a legislação ambiental torna-se cada vez mais rigorosa, a energia nuclear apresenta-se com uma inegável vantagem de não emitir gases responsáveis pelo efeito estufa e, por isso, vem sendo considerada uma das principais formas de combater o aquecimento global. É considerada uma das fontes de energia que provocam pouco impacto ambiental na sua instalação e operação, ganhando espaço para aumentar, por estas razões, a sua participação na matriz energética nacional e mundial, mesmo pesando contra a geração nuclear o fato de produzir resíduos radioativos, extremamente tóxicos e que permanecem ativos por muito tempo, sendo o armazenamento seguro destes resíduos o grande desafio que vem enfrentando a indústria nuclear. Com relação à discussão sobre o destino dos rejeitos radioativos, o ex-presidente da Associação Brasileira de Energia Nuclear (ABEN), Sr. Francisco Rondinelli, fez a seguinte análise:

Na verdade, o que está em questão não é a existência de uma solução definitiva, mas sim a viabilidade de reaproveitamento do combustível irradiado, uma alternativa hoje bastante eficiente do ponto de vista da gestão do armazenamento dos rejeitos. O material produzido pelos reatores tem um grande valor energético e, portanto, seu descarte é antieconômico. Em vez de rejeito, ele é matéria-prima para a fabricação de outro tipo de elemento de combustível. Isso hoje já acontece em alguns reatores em operação, que utilizam dióxido misto produzido a partir de combustível reprocessado. Acredita-se que a próxima geração de reatores poderá trabalhar com combustível totalmente baseado em óxido misto, o que permitirá reduzir fortemente o volume de

rejeitos que, estes sim, efetivamente terão o destino do depósito definitivo. (RONDINELLI, 2008, p. 3). [1]

A matriz energética nacional possui como estratégia para geração de energia elétrica o aproveitamento do nosso enorme potencial hidroelétrico, sendo considerada uma matriz das mais limpas do mundo, constituída por mais de 80% de energia proveniente de fontes renováveis, como a hidráulica, carvão vegetal e produtos da cana de açúcar. Entretanto, os novos projetos hidrelétricos para atender o aumento da demanda de energia possuem pouca capacidade de armazenagem devido à atual legislação ambiental, que desestimula o licenciamento de hidrelétricas com grandes reservatórios por possuírem, às vezes, um imensurável impacto ambiental. Este fato explica o aumento da participação das usinas térmicas movidas com combustíveis fósseis na matriz energética brasileira, que utilizam carvão mineral, óleo mineral, gás natural e produtos derivados do petróleo, considerados extremamente prejudiciais ao meio ambiente, por liberarem gases como o dióxido de carbono (CO_2) e contribuírem para o efeito estufa.

O ciclo do combustível nuclear é um conjunto de seis etapas percorridas pelo urânio, que vai desde a sua extração como minério bruto, a produção de concentrado de urânio (yellow cake), a conversão para gás hexafluoreto de urânio (UF_6), o enriquecimento, a reconversão (pó de urânio) e fabricação das pastilhas, até a fabricação do elemento combustível utilizado nos reatores das usinas nucleares. O Brasil dominou a etapa de enriquecimento de urânio em 1987 através do Programa Nuclear da Marinha do Brasil (PNM), que se encontra inserido dentro do contexto do Programa Nuclear Brasileiro (PNB), sendo esta etapa considerada a principal barreira tecnológica para a fabricação de combustível nuclear.

Em reatores de potência a água leve (PWR, BWR) e água pesada (PHWR, CANDU) é utilizado combustível de UO_2 .

Nos reatores tipo PWR, o elemento combustível fica dentro das varetas de liga de zircônio que contêm de forma isolada o material físsil. Ela é constituída dos seguintes itens: pastilhas combustíveis, pastilha isolante, mola de fixação da coluna da pastilha, tubo de revestimento e tampões de extremidade.

Para manter a coluna de pastilhas unidas dentro da vareta combustível e criar espaços vazios para acomodar os gases de fissão durante a irradiação, é colocada uma pastilha isolante Al_2O_3 (alumina) de forma a diminuir o fluxo de calor da pastilha

combustível para a região da mola (plenum), bem como evitar reações entre a pastilha e a mola devido à região central das pastilhas serem submetidas a altas temperaturas. [2]

O combustível de UO_2 é mais comumente apresentado em forma de pastilhas cilíndricas sinterizadas com densidade na faixa de 92 a 98% da densidade teórica (Processo de fabricação: compactação do pó de UO_2 na forma de pastilhas e sinterização posterior a aproximadamente $1600^\circ C$). [2]

A condutividade térmica do UO_2 é um pouco baixa e a alta potência gerada no reator leva à existência de altos gradientes térmicos na pastilha combustível. Como consequência, altos níveis de potência podem levar à fusão da parte central da pastilha. No entanto, isto é evitado em reatores térmicos, pois pode gerar problemas de desempenho. As principais limitações no desempenho do UO_2 são o inchamento da pastilha causado por produtos de fissão (sólidos e gasosos) e a liberação de produtos de fissão gasosos para o ambiente contido pelo revestimento, deteriorando a transferência de calor do combustível para o refrigerante.

Os parâmetros de projeto utilizados na análise do elemento combustível devem ser identificados e justificados. Estes parâmetros estão normalmente na forma de materiais, características dimensionais ou fenômenos físicos necessários à caracterização dos elementos combustíveis e que seja demonstrado o seu atendimento.

No projeto do elemento combustível, neste caso o UO_2 , devem-se levar em conta os seguintes aspectos:

- * aspectos físicos - características dimensionais, modo de fixação radial e axial, dimensões do canal de refrigeração entre varetas, dimensões e modo de posicionamento das grades espaçadoras, etc.;

- * composição química - designação do material de cada componente estrutural do EC;

- * propriedades dos materiais:

- térmicas - coeficiente de condutividade térmica, coeficiente de expansão térmica, transformações de fase, calor específico, etc.;
- mecânicas - limite de ruptura, coeficiente de Poisson, módulo de Young, limite de escoamento, ductilidade, resistência à fadiga, etc.
- metalúrgicas - tamanho de grão, fatores de anisotropia, coeficiente de textura, etc.
- químicas - taxa de corrosão, taxa de absorção de hidrogênio, etc.

* modelos ou teorias ou correlações ou mecanismos: desgaste, vibração, relaxação de tensão, deformações permanentes, crescimento e mudança de propriedades induzidos pela irradiação, forças de fixação das varetas e do EC, etc.

Neste trabalho nós vamos estudar os aspectos mecânicos com a particularidade de se determinar o coeficiente de Poisson, módulo de elasticidade e módulo de cisalhamento.

Como o recurso para a obtenção dessas pastilhas é limitado, devido a uma série de normas de salvaguarda e segurança nuclear, optou-se por realizar um estudo comparativo em pastilhas de alumina (Al_2O_3). Assim sendo, a pastilha de alumina, que também é um material cerâmico e que também faz parte do conjunto da vareta combustível como isolante térmico nas extremidades, foi a escolha predominante para a análise das constantes elásticas.

Como a propagação da onda sonora depende da estrutura interna e das descontinuidades existentes no material, pode-se associar a velocidade de propagação da onda às suas propriedades elásticas.

Neste trabalho utilizou-se o método de transmissão. A onda ultrassônica emitida pelo transdutor emissor percorre o material, a pastilha de alumina, e é recebida pelo transdutor receptor. O tempo de percurso da onda ultrassônica é o tempo decorrido entre os pulsos de saída e de chegada e é função da altura da pastilha de alumina (espaço percorrido pela onda ultrassônica) e de sua estrutura interna (como por ex. vazios, tamanho de grãos etc..).

Objetivo

Esta dissertação tem por objetivo desenvolver uma técnica para obtenção das constantes elásticas em pastilhas de Al_2O_3 através do ultrassom visando à medição dessas constantes sem a necessidade de recorrer a ensaios destrutivos. Com isto, espera-se disponibilizar uma nova ferramenta de obtenção desses resultados que, no futuro, possa servir de suporte para atividades experimentais de medição de tensões por ultrassom em pastilhas combustíveis de UO_2 .

Organização do trabalho

No **Capítulo 1 – *Revisão Bibliográfica*** – são apresentados os conceitos básicos sobre cerâmica, sinterização, conformação mecânica, constantes elásticas e a física do ultrassom.

No **Capítulo 2 – *Materiais e Metodologia*** – é apresentado o método que foi utilizado inicialmente para a obtenção do tempo de percurso das ondas ultrassônicas e consequentemente suas velocidades transversais e longitudinais em lotes de pastilhas de alumina de 96% e 92% de densidade.

No **Capítulo 3 – *Resultados e Discussão*** – são apresentadas algumas aplicações numéricas de interesse experimental para a obtenção das constantes elásticas comparado com a literatura existente.

No **Capítulo 4 – *Conclusões*** – é apresentado que a técnica ultrassônica utilizada atingiu o seu objetivo.

No **Capítulo 5 - *Sugestões para trabalhos futuros*** – são apresentadas algumas propostas para investigação posterior.

1. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

1.1 Conceitos básicos sobre processamento cerâmico

Os processos utilizados no preparo da matéria prima das pastilhas de Al_2O_3 tais como conformação, sinterização ou em qualquer outra etapa específica do processo, podem determinar as características intermediárias e finais do produto e, por consequência, podem gerar alterações dos parâmetros das demais etapas de processamento [3]. Para permitir uma avaliação do processo de fabricação, assim como sua influência nas características e propriedades da alumina, alguns conceitos básicos sobre processamento cerâmico serão abordados.

1.2 Preparações de massas de compactação

De modo a se obter compactos dotados de reduzido gradiente de tensão e de alta densidade, a matéria prima deve ser condicionada para reduzir o atrito entre as partículas e entre estas e o ferramental utilizado. Com este objetivo, várias técnicas de preparo de massas de compactação e diferentes tipos e teores de aditivos são utilizados [4]. Nas amostras empregadas no presente trabalho, foi utilizada a técnica de secagem por atomização para obtenção de massas de compactação destinadas à prensagem a seco.

A secagem por atomização baseia-se na granulação, ou aglomeração, de pós pela secagem por atomização de uma suspensão, ou barbotina, estabilizada reologicamente pela ação de aditivos.

1.3 Sinterização

A sinterização é o termo utilizado para descrever um processo físico termicamente ativado, que promove o coalescimento entre as partículas de um sistema [5]. Este processo geralmente está associado à melhoria das propriedades mecânicas e à contração dimensional, porém a densificação pode não ocorrer. [6, 7, 8 e 9]

Uma definição mais genérica do processo de sinterização a considera como sendo o resultado de um aumento da mobilidade atômica estimulada por uma ativação térmica. [3 e 7].

Ou seja, a sinterização pode ser compreendida como um processo físico termicamente ativado que faz com que um conjunto de partículas de um determinado material, inicialmente em contato mútuo, una-se quando aquecidos a temperaturas inferiores à temperatura de fusão. [10 e 11] (vide figura 1).

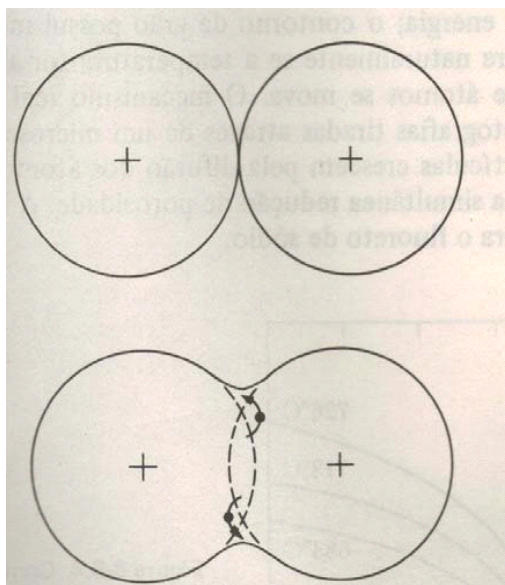


Figura 1: Os átomos se difundem dos pontos de contato para aumentar a área [10].

1.4 Efeitos da sinterização sobre a estrutura dos materiais cerâmicos

1.4.1 Efeito da sinterização sobre a estrutura dos poros

A geometria dos contornos de grão e poros influencia a taxa de sinterização no estágio intermediário da sinterização. No início do estágio intermediário, os poros encontram-se localizados nas intersecções dos contornos de grão. No decorrer do processo de sinterização a geometria dos poros aproxima-se da forma cilíndrica, no qual a densificação ocorre pela diminuição de seu raio, e os poros interagem com os contornos de grão de três formas: (1) os poros podem retardar o crescimento dos grãos; (2) os poros podem ser aniquilados pela movimentação dos contornos de grão; (3) os contornos de grão podem transpassar os poros, gerando poros isolados no interior dos grãos, conforme representado na figura 2.

Geralmente, o isolamento de poros é decorrente da movimentação dos contornos de grão durante a sinterização, ou devido a um mecanismo de crescimento anormal de grãos, e contribui significativamente para o bloqueio da densificação e da contração

dimensional, devido à difusão volumétrica ser muito lenta impedindo a aniquilação destes poros. [12]

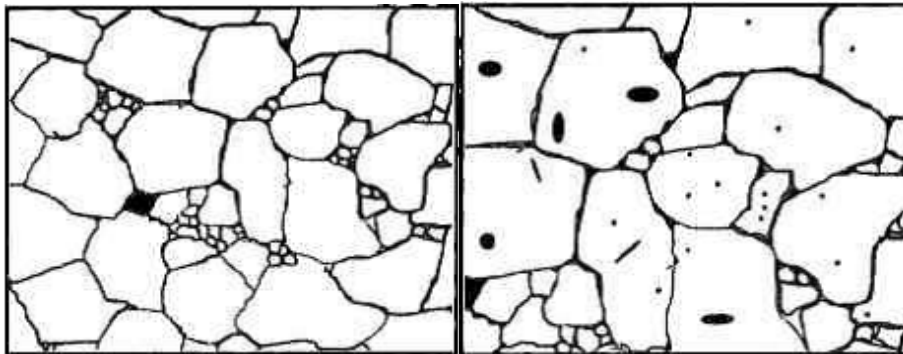


Figura 2: Estrutura dos poros no estágio intermediário da sinterização e possível microestrutura final. [13]

A porosidade localizada nos contornos dos grãos, por sua vez, é de fácil eliminação devido à migração superficial de átomos para o poro, equivalente à migração de lacunas para os contornos de grão. Esta porosidade é benéfica à densificação devido a duas razões distintas: [12]

- É de fácil eliminação e ativa o rearranjo dos defeitos cristalinos superficiais e volumétricos.
- Assim como inclusões de segunda fase, atua como inibidora do deslocamento dos contornos de grão e, conseqüentemente, como um agente refinador de grãos.

Em muitos casos, a consideração de isotropia e a generalização da geometria dos poros podem representar um inadvertido ocultamente da importância da dependência destas características geométricas, como o ângulo diédrico e as conseqüências das propriedades anisotrópicas de um material. Em alguns casos, o tratamento destes aspectos deve ser considerado. [14]

A morfologia de equilíbrio dos poros, em um material cristalino, depende do número de segmentos de contornos de grão interseccionados. Poros intergranulares em um material com energia superficial isotrópica são esféricos, sendo que os poros anexos a contornos únicos de grãos apresentam formas lenticulares, as quais podem ser descritas em termos da relação energia de contorno de grão/energia superficial ou ângulo diédrico. [14]

1.4.2 Efeito da sinterização sobre o crescimento dos grãos

A migração de contornos de grão tem sido objeto de muitos estudos e experimentos [15]. O progressivo crescimento dos grãos, ativado termicamente, é predominantemente decorrente de dois mecanismos de transporte de matéria: (1) evaporação e condensação e (2) difusão superficial. [16]

À temperatura típica de sinterização, a maioria dos materiais exhibe moderada a elevada velocidade de crescimento dos grãos. Quando a temperatura de sinterização aumenta, a velocidade de crescimento dos grãos tende a aumentar e é influenciada, ou até interrompida, devido a interações com defeitos presentes no material como poros, inclusões e outras fases presentes. Esta interação faz com que a mobilidade experimental dos contornos de grão seja muito menor que os valores obtidos por metodologias de cálculo. [17]

O bloqueio do crescimento de um grão por um poro ocorre devido à diferença entre as velocidades de movimentação envolvidas, sendo que a pressão de movimentação exercida por um contorno de grão sobre um poro pode fazê-lo mover por difusão volumétrica ou superficial. A movimentação diferencial de poros e contornos de grão resulta numa porosidade fechada internamente aos grãos, que não contribui com a densificação do sistema e pode conduzir a uma densificação substancialmente inferior à densidade teórica. [17]

O crescimento anormal dos grãos, que pode ocorrer tanto em sinterização em estado sólido como em sinterização na presença de fase líquida, geralmente é inibido até que os contornos de grão estejam separados dos poros, conduzindo a uma porosidade residual e a uma microestrutura heterogênea. [17]

O terceiro estágio da sinterização, que pode ocorrer de forma anormal e exagerada, é o processo pelo qual poucos grãos se coalescem e crescem pela aniquilação dos grãos menores e é frequentemente observada em cerâmicas de SiC e Al₂O₃. Em alguns casos, este fenômeno pode conduzir a um novo e completo ordenamento microestrutural. Este fenômeno ocorre quando a maioria dos grãos permanece imóvel e somente alguns se encontram cineticamente aptos a crescer. Uma vez que um grão cresce a ponto de adquirir um tamanho muitas vezes maior que seus vizinhos, a curvatura de seus lados aumenta e começa a crescer mais rapidamente que a dos grãos pequenos. [17]

1.5 Conformação

A maioria dos processos de conformação de materiais cerâmicos inicia-se com matérias primas particuladas, aglomeradas ou não. Esta matéria prima é submetida a técnicas específicas que, geralmente, promovem o aumento do fator de empacotamento das partículas de modo a formar um produto poroso, que pode ser intermediário ou não ao processo. O aumento do fator de empacotamento das partículas, ou compactação, reduz a quantidade de poros que deverão ser removidos total ou parcialmente na etapa seguinte de processamento, com a consequente redução de volume no produto. A homogeneidade do produto compactado tem por finalidade minimizar as distorções ou heterogeneidades no produto final sinterizado. [18, 19, 20 e 21]

Vários parâmetros de processo e características da matéria prima devem ser controlados para que estes mecanismos básicos ocorram e resultem em um empacotamento de partículas otimizado. Dentre as características da matéria prima destacam-se o tamanho de partícula médio e sua distribuição granulométrica, a área de superfície específica do pó, a forma das partículas, a densidade do material e suas propriedades mecânicas. Dentre os parâmetros de processo destacam-se o tipo de aglomeração ou dispersão, a forma pela qual a massa de pó preenche a cavidade da matriz, a fluidez do pó, a relação altura/diâmetro (relação L/D), as condições da matriz, o tempo do ciclo de compactação e a extração do compactado da matriz. [18,19 e 22]

Atualmente, os principais processos de conformação de alumina incluem a prensagem a seco, colagem, extrusão, injeção e laminação. A técnica de prensagem a seco, ou compactação a seco, é a mais utilizada na produção em escala industrial e uma das mais econômicas, dentre os vários processos disponíveis atualmente. Este processo, no entanto, é restrito aos componentes de forma simples, dimensões relativamente pequenas e com espessuras de paredes superiores a 1 mm [18]

No processo de compactação, o preenchimento completo da cavidade é necessário para a previsão da taxa de compressão e obtenção de maiores densidades, que são parâmetros importantes para prensagens uniaxiais automatizadas e prensagem isostática, devido às dificuldades de observação e monitoramento externo do pó durante o processo.

1.6 Acabamentos superficiais

Os métodos de usinagem de materiais cerâmicos apresentam grande versatilidade. Estes métodos utilizam abrasivos fixos sobre componentes estruturais e são aplicados sobre as superfícies a serem acabadas de várias maneiras. O diamante é o abrasivo mais utilizado para materiais cerâmicos, sendo os abrasivos convencionais geralmente selecionados para operações de usinagem de cerâmicas não sinterizadas ou pré sinterizadas. [3 e 18]

O acabamento abrasivo superficial, dentre outras necessidades, é aplicado de modo a minimizar os pontos de tensão para a nucleação e propagação de trincas e, conseqüentemente, fratura dos componentes cerâmicos e para conferir a um dado produto a tolerância dimensional necessária [18]. Em adição, se a operação abrasiva ocorre na ausência de elevadas deformações elásticas, um bom acabamento superficial e complexas geometrias podem ser obtidos. Para tal, uma especial atenção deve ser dada aos parâmetros que podem ser agrupados em quatro categorias: [3].

- Ferramenta abrasiva.
- Material a ser trabalhado.
- Seleção do processo abrasivo.
- Adequações dos parâmetros operacionais.

A resistência à abrasão de um material cerâmico varia largamente com o tipo de material e condições de sinterização (tipo de processo utilizado e parâmetros considerados no processo). Em geral, os materiais cerâmicos apresentam dureza mais elevada que a maioria dos metais, implicando na menor deformação elástica durante o processamento abrasivo para uma mesma tensão de usinagem e, conseqüentemente, em uma maior precisão nas tolerâncias dimensionais. Diversos fatores influenciam a interação entre a ferramenta de abrasão e a superfície a ser usinada como o tipo de material a ser usinado, o tipo de material da ferramenta de abrasão, a intensidade do passo de abrasão, a velocidade de deslocamento da ferramenta de abrasão sobre a superfície a ser usinada e o modo de introdução dos componentes no processo de usinagem. A combinação destes fatores pode resultar na geração de uma nova superfície ou simplesmente um desbaste superficial brando. [3]

1.7 – A física do ultrassom

Esta seção abordará os fenômenos básicos envolvidos no ultrassom, mostrando os princípios físicos essenciais e alguns conceitos fundamentais para a compreensão da interação da onda ultrassônicas com o material estudado, fornecendo a fundamentação teórica necessária para o desenvolvimento da técnica proposta neste trabalho.

1.7.1 – Considerações gerais

Inspeções em materiais utilizando técnicas ultrassônicas são feitas através da análise de ondas transmitidas no material em que se faz a inspeção. As ondas ultrassônicas são ondas mecânicas, ou seja, são compostas por pequenas oscilações (vibrações) das partículas que compõem o meio em que se propaga. Assim, a passagem de energia acústica no meio faz com que as partículas que compõem o mesmo, executem um movimento de oscilação em torno da posição de equilíbrio. [23]

1.7.2 - Frequência, velocidade e comprimento de onda.

O ar, ou outro meio na trajetória de uma onda sonora torna-se alternadamente mais denso ou mais rarefeito. As variações na pressão fazem com que os tímpanos dos nossos ouvidos vibrem com a mesma frequência da onda, o que produz a sensação fisiológica do som. A maioria dos sons é produzida por objetos que estão vibrando, pois vibrações periódicas enviam para o meio sucessivas camadas de compressão e rarefação.

A distância entre duas regiões de compressão (ou expansão) consecutivas é chamada de *comprimento de onda*.

Um ouvido normal é sensível a ondas sonoras com frequências entre aproximadamente 20Hz e 20.000Hz. Quando a frequência é menor que 20 Hz as ondas são chamadas de infrassons, e quando a frequência é maior que 20.000Hz, são chamadas de ultrassons, como mostra a Figura 3. [23]

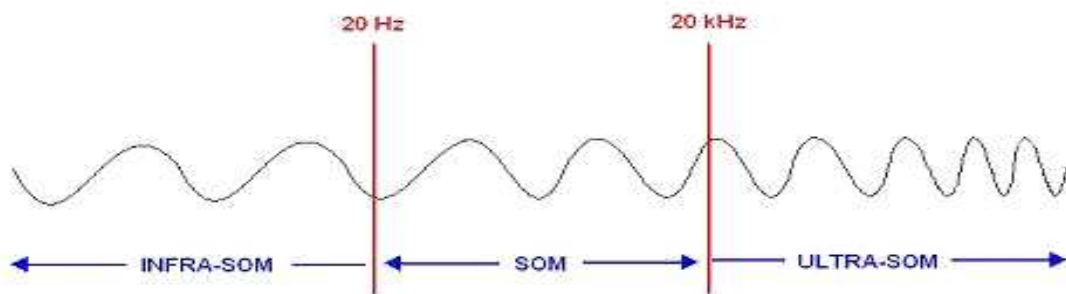


Figura 3: Divisão em faixas de frequências das ondas mecânicas. [23]

1.7.3 – Tipos de ondas ultrassônicas

Se assumirmos que o meio em estudo é elástico, ou seja, que as partículas que o compõem estão ligadas com certa rigidez, mas que podem oscilar em qualquer direção, o deslocamento de uma partícula induz a um deslocamento de partículas vizinhas e assim por diante, propagando desta maneira uma onda elástica. Desta forma podem-se classificar as ondas mecânicas como: ondas longitudinais; ondas transversais (cisalhantes); e ondas superficiais e subsuperficiais. [23]

1.7.4 – Ondas ultrassônicas longitudinais

Uma onda ultrassônica é dita longitudinal, ou de compressão, quando as partículas do meio em que ela se propaga vibram na mesma direção de propagação da onda nesse meio.

Estas ondas de compressão percorrem os materiais como uma série alternada de zonas de compressão e rarefação, nas quais as partículas transmitem a vibração movendo-se para frente e para trás, no mesmo sentido da propagação da onda. As ondas longitudinais são geradas quando o primeiro plano de partículas próximas à superfície é acionado na direção perpendicular a esta, defletindo-se e transferindo sua energia cinética aos planos subsequentes. Como a ligação entre as partículas é elástica, haverá um atraso desde o momento do impacto inicial, passando de plano a plano, como mostrado na figura 4. [23]

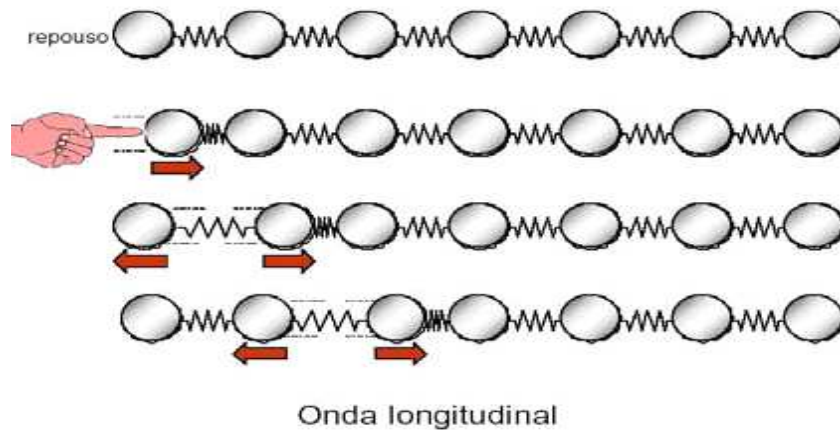


Figura 4: Propagação das ondas ultrassônicas longitudinais. [23]

Na figura acima nota-se que o primeiro plano de partículas vibra e transfere sua energia cinética para os próximos planos de partículas, que passam a oscilar.

Desta maneira todo o meio elástico vibra na mesma direção de propagação da onda.

As distâncias entre duas zonas de compressão determinam o comprimento de onda.

As ondas longitudinais propagam-se nos sólidos, líquidos e gases.

Em líquidos e gases as ondas propagam-se na forma de mudanças locais na densidade (flutuação da pressão) pela colisão entre as moléculas com as adjacentes.

Em decorrência do processo de propagação, este tipo de onda possui alta velocidade de propagação, que é uma característica do meio.

Na tabela 1 tem-se a velocidade de propagação da onda longitudinal em diversos meios.

Tabela 1: Velocidade da onda ultrassônica longitudinal em diversos meios (GOMEZ F. Ramirez, 1980) [24].

MEIO	VELOCIDADE LONGITUDINAL (m/s)
AR	330
ÁGUA	1483
ALUMINA *	3500 A 10000
UO ₂ **	4500 A 5200
ÓLEO (SAE30)	1740
ACRÍLICO	2670
OURO	3240
PRATA	3600
COBRE	4700
NÍQUEL	5630
AÇO INOXIDÁVEL	5660
MAGNÉSIO	5770
AÇO	5820
TITÂNIO	6005
ALUMÍNIO	6320

*Valores estimados em referência a velocidade transversal medida no laboratório do IEN.

**Valores obtidos em “Use of ultrasonic velocity for measurement of density of sintered fuel pellets”, Panakkal J P, Ghosh J K, Roy P R, 1984. [31]

1.7.5 – Ondas ultrassônicas transversais

Nas ondas ultrassônicas transversais ou cisalhantes, as partículas movem-se perpendicularmente à direção de propagação da onda neste meio. As ondas transversais são geradas quando as partículas vibram na direção transversal à direção de propagação do pulso ultrassônico. No caso de incidência normal, por exemplo, as partículas próximas à superfície são deslocadas na direção paralela a esta superfície. Quando o primeiro plano se desloca, ele arrasta pela interação elástica, o plano adjacente e assim por diante, criando vales e cristas.

Os planos das partículas mantêm-se equidistante, movimentando-se lateralmente e assim por diante, criando vales e cristas nos pontos laterais.

Os planos das partículas mantêm-se equidistante, movimentando-se lateralmente com ação cisalhante entre eles. Para que ocorra este tipo de propagação de onda é necessário que as partículas apresentem uma grande força de atração com as partículas próximas, como acontece com os materiais sólidos. Já nos líquidos e gases as ondas transversais não podem se propagar em razão da pequena força de coesão existente entre as partículas destes meios. Contudo acoplantes com alta viscosidade são utilizados na propagação deste tipo de onda. A figura 5 ilustra a propagação de uma onda transversal.

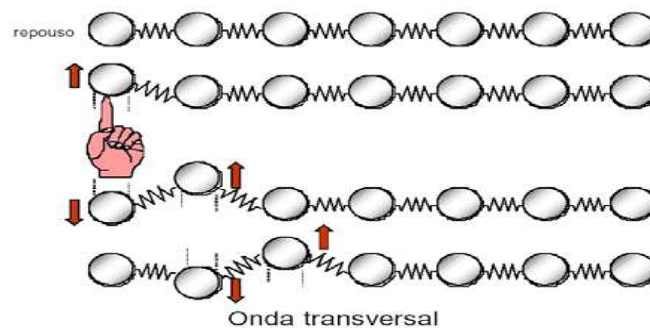


Figura 5: Propagação das ondas ultrassônicas transversais. [23]

O comprimento de onda é a distância entre dois vales ou dois picos. As ondas transversais propagam-se com uma velocidade aproximadamente de 50% da velocidade das ondas longitudinais no mesmo meio (Tabela 2).

Tabela 2: Velocidade da onda ultrassônica transversal para diversos meios (GOMEZ F. Ramirez, 1980). [24]

MEIO	VELOCIDADE TRANSVERSAL (m/s)
AR	-
ÁGUA	-
ÓLEO (SAE30)	-
ALUMINA *	2000 a 6000
UO ₂ **	2500 a 3000
ACRÍLICO	1120
OURO	1200
PRATA	1590
COBRE	2260
NÍQUEL	2960
AÇO INOXIDÁVEL	3120
MAGNÉSIO	3050
AÇO	3190
TITÂNIO	3019
ALUMÍNIO	3080

*Valores medidos em nosso laboratório e que variaram fortemente em função da porosidade.

**Valores estimados em referência a velocidade longitudinal encontrada na literatura.

1.8 – Transdutores

Os transdutores ou cabeçotes possuem basicamente um cristal piezoelétrico em seu interior, envolto por uma capa metálica responsável pela proteção, com cabos elétricos que têm a função de conectar o transdutor ao aparelho de ultrassom que ao variar a tensão aplicada ao cristal, faz com que este vibre emitindo ondas sônicas. Dentro da armação ainda existe um bloco amortecedor, para impedir que o cristal continue vibrando depois de cessarem os pulsos elétricos. Na parte inferior do transdutor existe uma proteção para impedir o contato direto do cristal com a peça, como pode ser visualizado na Figura 6.

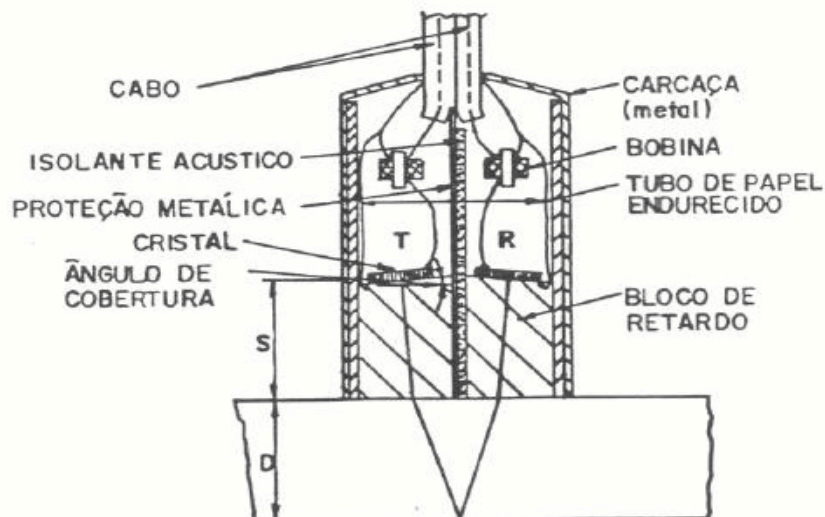


Figura 6: Exemplo de esquema de um transdutor do tipo SE acoplado a uma superfície

Os transdutores de ultrassons são usados principalmente em ensaios para detecção de discontinuidades no interior de peças metálicas. O dispositivo, além de transformar energia elétrica em mecânica, transforma também energia mecânica em elétrica, podendo enviar e receber sinais ultrassônicos.

1.8.1-Acoplantes

Ao acoplarmos o transdutor sobre a peça a ser inspecionada, imediatamente se estabelece uma camada de ar entre a base do transdutor e a superfície da peça. Esta camada de ar impede que as vibrações mecânicas produzidas pelo transdutor se propaguem para a peça em razão das características acústicas (impedância acústica) diferentes entre o acrílico do transdutor e do ar.

Por esta razão, deve-se usar um meio líquido ou pastoso que estabeleça uma redução desta diferença, e permita a passagem das vibrações para a peça. Tais líquidos ou pastas, denominados acoplantes são escolhidos em função do tipo de onda utilizada, acabamento superficial da peça, condições técnicas e tipo da peça.

1.8.2 Métodos de utilização de transdutores

De acordo com a aplicação a ser realizada, as inspeções utilizando técnicas ultrassônicas podem empregar os transdutores piezoelétricos de diferentes maneiras. As mais utilizadas são: a transmissão, e o pulso eco.

1.8.3 Transmissão

Nesta técnica, utilizam-se dois transdutores para se fazer a inspeção. Um transdutor funciona como emissor e o segundo transdutor, colocado geralmente na superfície oposta ao primeiro transdutor (porém dependendo do tipo de transdutor, onda, e análise realizada, o segundo transdutor pode ser colocado na mesma superfície, porém a certa distância do emissor), funciona como receptor.

Assim, o pulso ultrassônico emitido pelo primeiro transdutor atravessa o material e é captado pelo segundo transdutor, como mostra a Figura 7.



Figura 7: Exemplo de esquema de transdutores sendo utilizados no modo transmissão.

1.8.4 Pulso-Eco

Esta técnica utiliza apenas um transdutor que funciona como emissor e receptor. É bastante utilizada por ser simples e não necessitar de acesso à face oposta do corpo de prova para realizar a inspeção.

O pulso emitido pelo transdutor é refletido pela face oposta e retorna ao transdutor (Figura 8). [29] Assim, o pulso percorre duas vezes a espessura do material desde sua emissão até sua captura. Isto pode ser uma dificuldade em inspeções de

materiais muito dispersivos, fazendo com que o sinal seja fortemente atenuado, podendo criar condições que impossibilitem sua análise.

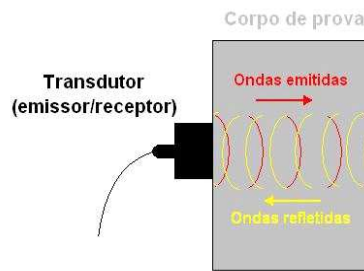


Figura 8: Exemplo de esquema de transdutor sendo utilizado no modo pulso-eco.

1.9 Propriedades mecânicas de materiais

As respostas de um material em função de suas propriedades mecânicas são subdivididas basicamente em quatro áreas de estudo [25]:

- elasticidade.
- viscoelasticidade.
- plasticidade.
- viscoplasticidade.

Neste trabalho o estudo está focalizado na área da elasticidade, mais especificamente na determinação do módulo de elasticidade ou módulo de Young, módulo de cisalhamento e do coeficiente de Poisson.

1.9.1 Constantes elásticas

As constantes elásticas de materiais são determinantes para se estabelecer as relações entre tensões e deformações, de fundamental importância para aplicações de engenharia, tais como a análise por elementos finitos de materiais e estruturas, e para a determinação e tensões residuais, tradicionalmente aplicadas em projetos envolvendo materiais metálicos. Além disso, no emprego de novos materiais, entre os quais se destacam os compósitos de matrizes metálica, cerâmica ou polimérica, que por vezes trabalham sob condições críticas de serviço, como elevadas temperaturas e meio ambientes altamente agressivos, é preciso determinar as suas constantes elásticas para monitorar uma possível degradação dos mesmos. O conhecimento destas constantes

baseia-se tradicionalmente em métodos destrutivos. Se, por um lado, um simples ensaio de tração com registros de extensômetros permite determinar com confiança as constantes elásticas de um material isotrópico, por outro, se o material é anisotrópico, o procedimento é bem mais complexo, sendo necessária a confecção de vários corpos-de-prova da amostra em diferentes orientações relativas aos eixos de simetria. Esta técnica, além de ser destrutiva, tem como desvantagem o alto custo associado à preparação correta dos corpos-de-prova.

Fundamentado nas relações entre as velocidades das ondas ultrassônicas que se propagam no material e suas constantes elásticas, o ultrassom vem sendo usado para determinação das constantes elásticas de materiais anisotrópicos, mostrando excelente concordância com os valores determinados pelo ensaio de tração. [26]

A importância das constantes elásticas está em mostrar o comportamento mecânico dos materiais para a execução de projetos de engenharia. A escolha do material mais apropriado para uma aplicação particular requer conhecimento de suas propriedades mecânicas. O conhecimento das constantes elásticas é informação de grande interesse prático que viabiliza tanto aplicações de equações e modelos teóricos a problemas de pequena e média complexidade, quanto à simulações mais realistas em programas de análise numéricas de alta complexidade.

As constantes elásticas são aquelas que governam o comportamento de um material sujeito a tensões sobre uma região de deformação onde o material se comporta elasticamente. Quando um material está sujeito a uma tensão ele se deforma. A resposta típica de um material submetido a um ensaio uniaxial de tração é mostrado na Figura 9.

Na região da curva delimitada por σ_e a deformação responde linearmente. Se a tensão for reduzida, a deformação diminui proporcionalmente e reversivelmente e, removendo-se completamente a tensão, (sem deformação) e a peça retorna ao estado inicial anterior à aplicação da tensão. Este fenômeno é conhecido como deformação elástica.

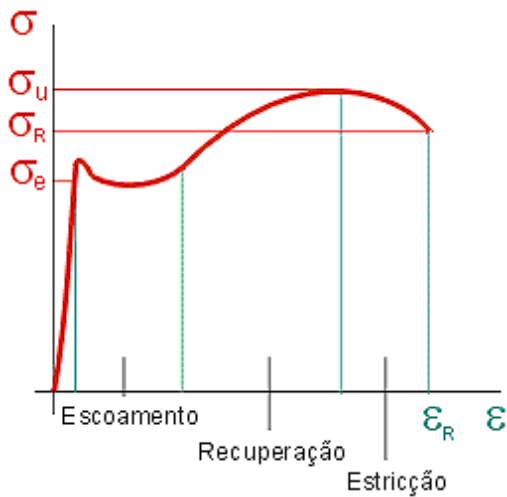


Figura 9 - Curva Tensão x Deformação (σ x ϵ)

Em um estado suficientemente alto de tensão, como por exemplo, acima de σ_e , a deformação já não é simplesmente linear. Removendo-se ou reduzindo-se essa tensão elevada, não resulta numa deformação totalmente reversível; tendo-se como resultado uma deformação permanente. O material apresenta deformação plástica.

Após um aumento ainda maior na tensão, o material atinge a ruptura. Este comportamento é típico de muitos sólidos, exceto aqueles que são excepcionalmente frágeis que se fraturam na região de comportamento elástico.

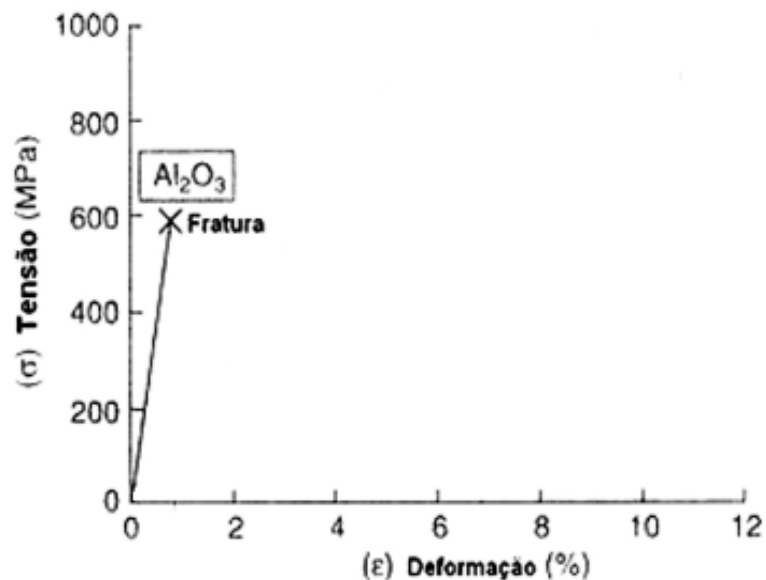


Figura 10 - Curva Tensão x Deformação (σ x ϵ) da alumina

Na Figura 10, apresenta-se o gráfico de tensão x deformação a que é submetido um material de alumina. Nota-se que nesse material, a ruptura (fratura) se dá ainda no regime elástico e com pouca deformação.

As constantes elásticas de um material têm sido determinadas através de: (a) métodos estáticos, baseados nas curvas de tensão x deformação, e (b) métodos dinâmicos, que se baseiam na medição de frequências de ressonâncias ou na medição de velocidades ultrassônicas.

1.9.2 O Módulo de Elasticidade e o Coeficiente de Poisson

Entre as noções mais elementares na análise de tensões de um material, destaca-se o módulo de elasticidade ou módulo de Young (E) por ser um dos mais importantes parâmetros na engenharia de projetos. O módulo de elasticidade é definido com sendo a constante de proporcionalidade entre a tensão e a deformação no regime elástico.

A Figura 11 ilustra uma barra submetida a uma tensão uniaxial. A deformação é manifestada por um alongamento da barra na mesma direção da tensão aplicada; e por um decréscimo de sua largura. A mudança de comprimento dividida pelo comprimento inicial da haste ($\Delta l/l$) é definida como sendo a deformação média (ϵ) e esta é diretamente proporcional à tensão média aplicada. O módulo de elasticidade corresponde à inclinação da porção elástica da curva tensão x deformação apresentada na Figura 9, podendo ser simplesmente conceituado como a quantidade de tensão (σ) requerida para produzir uma deformação elástica (ϵ), na forma:

$$\sigma = E \cdot \epsilon , \tag{1}$$

conhecida como Lei de Hooke. [28]

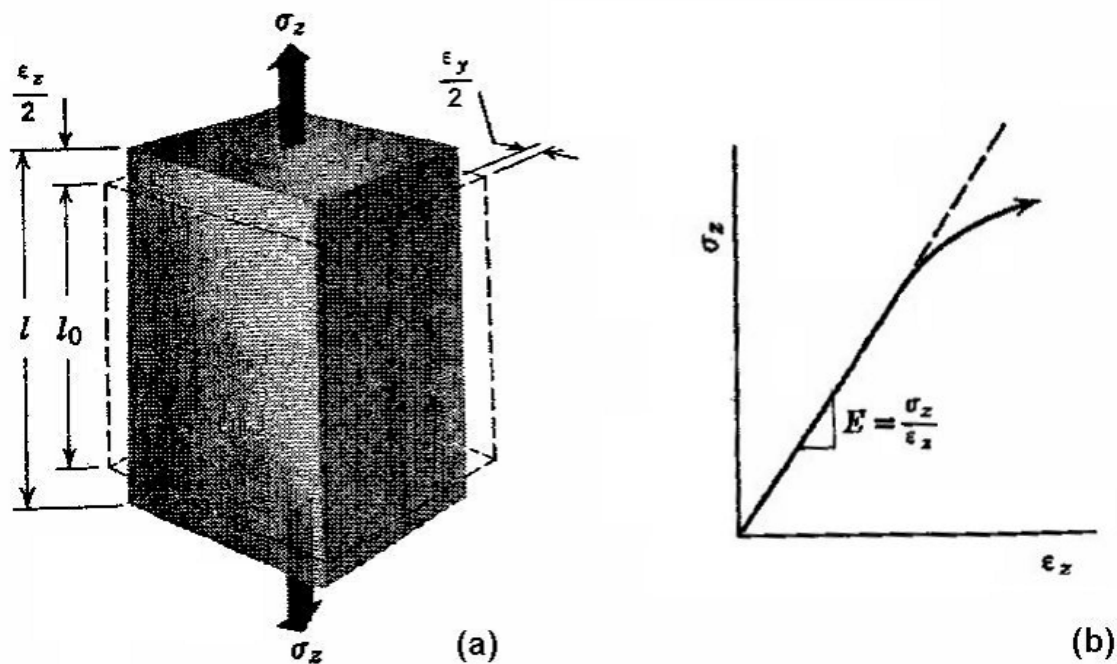


Figura 11 – Barra submetida à tensão uniaxial [28]

(a) carregamento uniaxial (b) gráfico tensão deformação

Quanto maior a força de ligação atômica, maior a tensão requerida para aumentar o espaçamento interatômico, portanto, maior o módulo de elasticidade.

Materiais cerâmicos com ligações iônicas fracas têm um módulo de elasticidade baixo [27]. Por exemplo: o NaCl tem módulo de elasticidade em torno de 44,2 GPa.

Materiais cerâmicos com ligações covalentes possuem um alto valor do módulo de elasticidade, como por exemplo, o diamante, onde o módulo de elasticidade é da ordem de 1035 GPa.

O módulo de elasticidade é, portanto uma medida da rigidez de um material. Quanto maior o seu valor, menor será a deformação elástica resultante devido à aplicação de uma dada tensão.

Além do alongamento que está na mesma direção da tensão aplicada, Figura 10, simultaneamente a barra se estreita na direção transversal. Essa mudança na dimensão perpendicular à direção da tensão aplicada é resultante da interação das componentes de deformação que são geradas dentro do material. O coeficiente de Poisson (ν) é definido como sendo a relação entre a deformação elástica transversal pela deformação elástica longitudinal, ou seja:

$$U = - \frac{\varepsilon_y}{\varepsilon_z} \quad (2)$$

O sinal negativo significa que enquanto o corpo se alonga do sentido longitudinal, ele se contrai no sentido transversal e vice e versa.

1.9.3 Fatores que afetam as constantes elásticas

Os principais fatores que afetam as constantes elásticas são:

- temperatura.
- fases presentes.
- porosidade.
- direção cristalográfica.

Quando ocorre um aumento na temperatura de materiais, observa-se uma leve diminuição do módulo de elasticidade, isto é resultado de um aumento no espaçamento interatômico devido à expansão térmica.

Muitos materiais encontrados na engenharia possuem mais do que uma composição ou fase e tem um módulo de elasticidade intermediário entre o módulo das fases constituintes.

A porosidade também afeta o módulo de elasticidade, sempre resultando em decréscimo de seu valor. Alguns autores estudaram uma formulação para estimar o valor das constantes elásticas de materiais porosos [29], [30].

A resistência da ligação, ou seja, o módulo de elasticidade varia com a direção cristalográfica [11]. A anisotropia elástica ocorre tanto em metais como em materiais cerâmicos.

Muitas espécies de materiais cerâmicos são policristalinos com muitos cristais com orientações aleatórias. Se a orientação é “exatamente” aleatória, as constantes elásticas globais são uma média das constantes elásticas para as várias direções cristalográficas. Nesta condição o material policristalino é assumido isotrópico. Os valores de constantes elásticas mais comumente registrados para materiais cerâmicos são valores médios para corpos policristalinos isotrópicos.

1.9.4 Determinação de propriedades elásticas de materiais

A determinação de propriedades elásticas de materiais pode ser realizada através de dois métodos [25, 26 e 28]: estático ou dinâmico. O método estático basicamente consiste em submeter um objeto a uma carga estática conhecida e medir sua deformação em função desta carga. O método dinâmico consiste em submeter o objeto a um movimento harmônico na sua frequência de ressonância e através desta frequência associada à geometria e massa do objeto, correlacionar as constantes elásticas. Uma variante do método dinâmico é submeter o objeto a uma velocidade ultrassônica em uma de suas extremidades e medir a velocidade resultante no seu outro extremo. Observando a razão das velocidades na entrada e na saída do objeto, as constantes elásticas são determinadas.

Estes métodos são implementados por diversas técnicas dentro das diferentes áreas da engenharia tais como:

- medição por máquinas de ensaio (tração, compressão, flexão, torção ou cisalhamento).
- medição por extensômetros ou “strain gage”.
- medição através de ensaios dinâmicos.
- medição por análise modal.
- medição acústica.
- medição óptica (interferometria a laser, holografia, fotoelasticidade e Moiré).

A escolha do melhor método e da melhor técnica de medição não é uma tarefa trivial.

Em linhas gerais a aplicação de um determinado método depende do grau de incerteza que se deseja no resultado de medição, das facilidades encontradas nos laboratórios e dos investimentos que se deseja fazer.

1.9.5 Cálculo indireto do módulo de Young da alumina por ultrassom.

O módulo de Young como visto, é um dos parâmetros que caracterizam o comportamento elástico do material. Além de descrever o comportamento elástico do material ainda pode ser associado a problemas da mecânica da fratura como formação e propagação de trincas.

Esta propriedade é de particular interesse em aplicações de cerâmicas onde estão associados problemas de mecânica da fratura como, por exemplo: ensaio de tração;

ensaio de flexão de 3 ou 4 pontos; determinação dinâmica usando método de ressonância ou um caminho indireto por medida da velocidade do som (ultrassom). [31].

O ensaio não destrutivo por ultrassom [31] permite medir espessuras, detectar discontinuidades existentes no material, e permite associar a velocidade ultrassônica de propagação da onda às suas propriedades elásticas. Isto permite, uma vez conhecida a massa específica do material em estudo, obter o módulo de Young em função das velocidades ultrassônicas. A velocidade das ondas ultrassônicas pode ser determinada usando a técnica de transmissão direta. As velocidades das ondas ultrassônicas longitudinal e transversal, em um corpo de prova com espessura conhecida, podem ser utilizadas para se determinar o módulo de Young de uma barra submetida à tensão uniaxial através da equação (3) [32,33],

$$E = \rho \cdot \frac{3V_T^2 \cdot V_L^2 - 4V_T^4}{V_L^2 - V_T^2} \quad (3)$$

onde E é o módulo de Young, ρ é a massa específica, V_L é a velocidade longitudinal e V_T é a velocidade da onda transversal.

Essas velocidades são dadas pelas equações (4) e (5), onde ν é o coeficiente de Poisson, e G é o módulo de cisalhamento. [32,33]

$$V_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (4)$$

$$\frac{V_L}{V_T} = \sqrt{\frac{(2\nu-2)}{(2\nu-1)}} \quad (5)$$

$$\nu = 0,5 \cdot \frac{V_L^2 - 2V_T^2}{V_L^2 - V_T^2} \quad (6)$$

$$G = \rho \cdot V_T^2 \quad (7)$$

$$\mathbf{G} = \frac{E}{2(1+\nu)} \quad (8)$$

2 MATERIAIS E METODOLOGIA

Quando aplicável, a técnica de pulso-eco é comumente a opção utilizada ao se iniciar um estudo de determinação do tempo de percurso da onda ultrassônica. Porém, neste trabalho, ao utilizar o transdutor no modo pulso-eco, não foi possível realizar nenhuma medida com confiança, através da utilização dos cursores, na tela do osciloscópio.

Tão pouco foi possível obter resultados utilizando o software Chronos, desenvolvido e utilizado no Laboratório de Ultrassom do Instituto de Engenharia Nuclear (LABUS/IEN) para a determinação do tempo de percurso do pulso ultrassônico através da análise do sinal por correlação cruzada. Nestes casos, a identificação dos ecos ficava muito prejudicada, o que pode ter as seguintes justificativas: alta velocidade de propagação da onda ultrassônica no material associada a pequena espessura; o fato do material ser muito dispersivo e não preservar a forma da onda; ou ainda a pastilha ter uma superfície de acoplamento menor que a base do transdutor utilizado, dificultando a emissão/recepção do sinal.

Posteriormente, após diversas tentativas, idealizou-se a realização da medida do tempo de percurso da onda ultrassônica, através de uma metodologia que utiliza 2 transdutores no modo transmissão e é descrita nos seguintes passos:

- 1 – ligar um dos transdutores no gerador de pulsos;
- 2 – ligar o outro transdutor em um dos canais do osciloscópio;
- 3 – passar gel acoplante em um dos transdutores e acoplá-lo diretamente ao outro transdutor;
- 4 – com os dois transdutores acoplados diretamente um no outro, usa-se um dos cursores do osciloscópio para determinar a posição onde o pulso inicial transmitido irá aparecer na janela do osciloscópio, determinando assim uma referência de tempo sem material algum entre os transdutores ($t=0$);
- 5 – desacoplar os transdutores e inserir a amostra entre eles usando gel acoplante nas duas superfícies;

6 – usar o segundo cursor do osciloscópio para marcar a posição atual do pulso ultrassônico, depois de deslocado devido ao tempo gasto para percorrer a amostra;

7 – Determinar através das informações do posicionamento de cada cursor, o intervalo de tempo entre eles, que representa o tempo gasto para o pulso ultrassônico percorrer toda a amostra.

Assim, o tempo de percurso da onda ultrassônica em cada amostra, foi determinado diretamente na tela do osciloscópio através desta sequência de etapas, que será mostrado posteriormente na obtenção das medidas no laboratório.

Para essa pesquisa foram utilizados 2 (dois) lotes de pastilhas de alumina obtidos em prensa uniaxial de ação simples, fabricada pelo Centro Tecnológico da Marinha em São Paulo (CTMSP) para a realização desse estudo de obtenção das constantes elásticas da alumina através de ondas ultrassônicas.

Um lote possui 10 pastilhas com densidade relativa em torno de 96% e outro lote 10 pastilhas com densidade relativa em torno de 92%.

O Laboratório de Materiais do Centro experimental de Aramar (LabMat) realizou as medidas da densidade geométrica, onde foi utilizado um micrômetro milesimal marca Tesa (com precisão de 0,001 mm), para medir o diâmetro e altura das pastilhas. Para a obtenção da massa, de cada pastilha foi usada uma balança marca METTLER TOLEDO modelo AX205 DELTA RANGE, (Capacidade: 0 a 220g e precisão de 0,00001g).

1) Com os dados escolhidos, foi calculada a densidade geométrica (g/mm^3):

$$DG=m/v \quad (9)$$

onde o volume (mm^3):

$$v=(h.d^2.\Pi /4) - 6 \quad (10)$$

h é a altura e **d** o diâmetro, e descontando o valor de 6mm^3 que é o volume do chanfro que a pastilha tem, depois de sinterizada.

2) Depois foi calculado a %DT (percentual de densidade geométrica sobre a densidade teórica da alumina) que é a densidade relativa:

$$\%DT = DG/DT \quad (11)$$

3) A densidade hidrostática foi medida pelo princípio de Arquimedes na mesma balança utilizada anteriormente.

Segundo o Princípio de Arquimedes, a medida de volume é calculada através do empuxo sofrido pela amostra em um meio líquido adequado. A densidade hidrostática é determinada através da equação abaixo:

$$Dh = (M \times dL) / (Mu - Mi) \quad (12)$$

Onde:

Dh = densidade hidrostática.

M = massa da amostra seca.

Mi = massa da amostra imersa.

Mu = massa da amostra úmida

dL = densidade do líquido na temperatura de realização do ensaio.

Procedimento:

- 1) - Secar a amostra em uma estufa por 1 hora a 100°C e resfriá-la em um dessecador ou pesar direto quando a amostra sair do forno;
- 2) - Pesar a amostra no prato superior e determinar a massa seca;
- 3) - Colocar 150 ml de álcool etílico PA no béquer e efetuar a leitura da temperatura no termômetro inserido no líquido;
- 4) - Colocar a amostra no prato inferior que está imerso no líquido, pesá-la e determinar a massa imersa, assegurando que não houve variação da temperatura em relação à primeira leitura;
- 5) - Secar levemente a amostra com papel absorvente e pesá-la no prato superior; determinar a massa úmida;
- 6) - Calcular o valor da densidade hidrostática. As densidades hidrostáticas foram obtidas pelo princípio de Archimedes.

Para a obtenção das constantes elásticas foram necessários os dados que serão descritos como se segue.

As dimensões médias das pastilhas são de 8,56 ($\pm 0,02$ mm) de diâmetro e aproximadamente 8,96 ($\pm 0,03$) mm de altura para densidades de 96%.

As dimensões médias das pastilhas são de aproximadamente 8,69 ($\pm 0,02$) mm de diâmetro e aproximadamente 9,10 ($\pm 0,03$) mm de altura para densidades de 92%.

Foram utilizados os seguintes itens da marca Panametrics: um aparelho emissor-receptor de pulso ultrassônico modelo Epoch Plus, quatro transdutores de 5,0MHz, dois de onda longitudinal e dois de onda transversal e acoplante, aplicado entre os transdutores e a pastilha em exame.

A obtenção do sinal ultrassônico foi realizada a uma temperatura entre 23° e 25°C com um osciloscópio DPO 3032 da Tektronix.

Como descrito anteriormente para a medida do tempo de percurso da onda ultrassônica os dois transdutores (emissor e receptor) foram colocados em contato (sem o material entre eles) de maneira a gerar um sinal de referência. Figura 12

Um dos cursores do osciloscópio foi posicionado no pico máximo desse sinal, sendo usado como referência para as medidas de tempo ($t=0$).

MEDIÇÃO DO PONTO DE REFERÊNCIA(PONTO A)

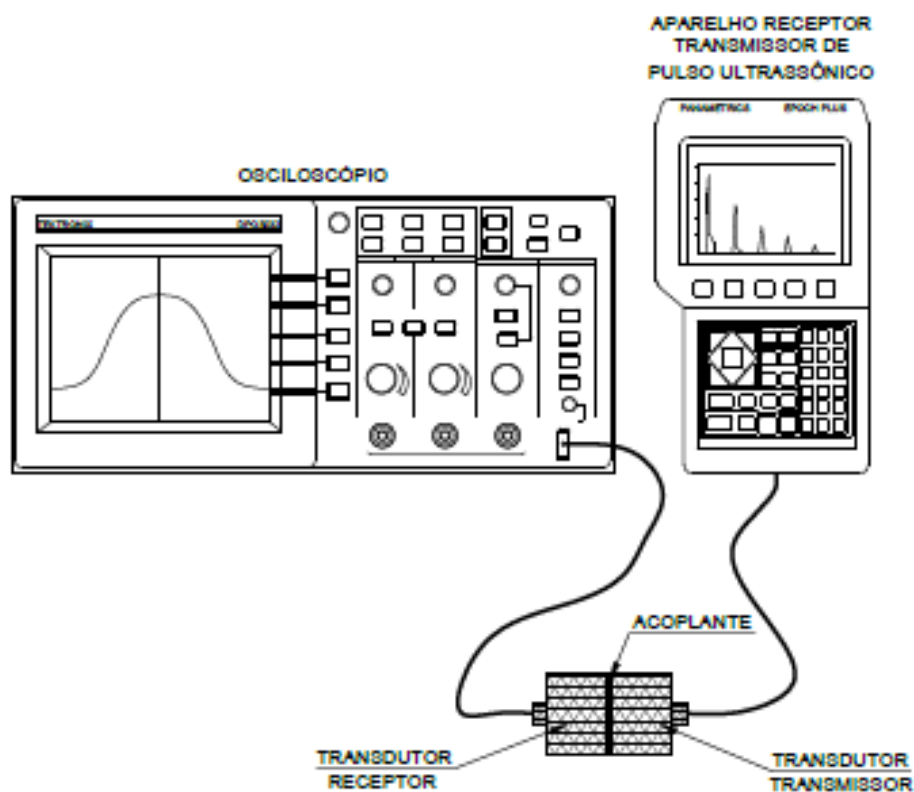


Figura 12- Esquema do sistema ultrassônico para obtenção do sinal de referência para as medidas dos tempos de percurso das ondas ultrassônicas

Com a colocação da pastilha entre os transdutores emissor e receptor foi gerado um novo sinal, deslocado em relação ao anterior (referência). Esse novo sinal tem seu ponto de máximo (correspondendo ao maior valor de voltagem) marcado com outro cursor do osciloscópio. A medida do tempo de percurso da onda ultrassônica é lida diretamente no osciloscópio e corresponde à defasagem entre o sinal de referência (marcado sem a pastilha entre os transdutores, figura anterior) e essa nova referência obtida com o cursor posicionado no valor pico máximo desse novo sinal. Figura 13

MEDIÇÃO DO TEMPO DE ONDAS ULTRASSÔNICAS (PONTO B)

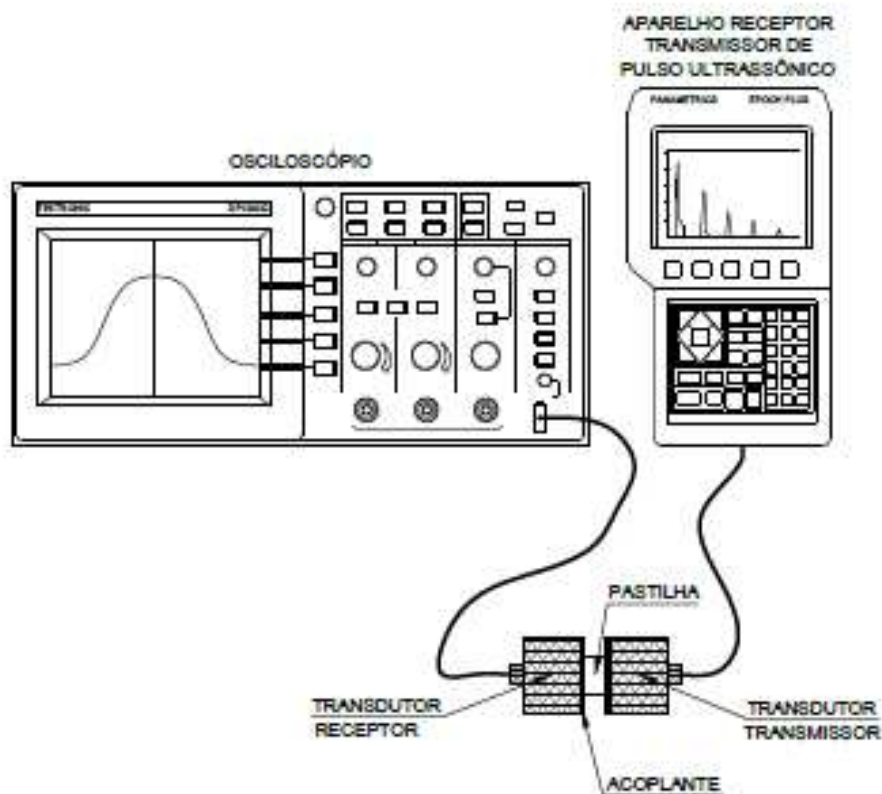


Figura 13- Esquema da obtenção dos sinais das ondas ultrassônicas com a colocação da pastilha.

Com este novo sinal, é obtido, diretamente no osciloscópio, o tempo de percurso da onda ultrassônica para aquela pastilha de alumina. Ver figuras 14 a 16.

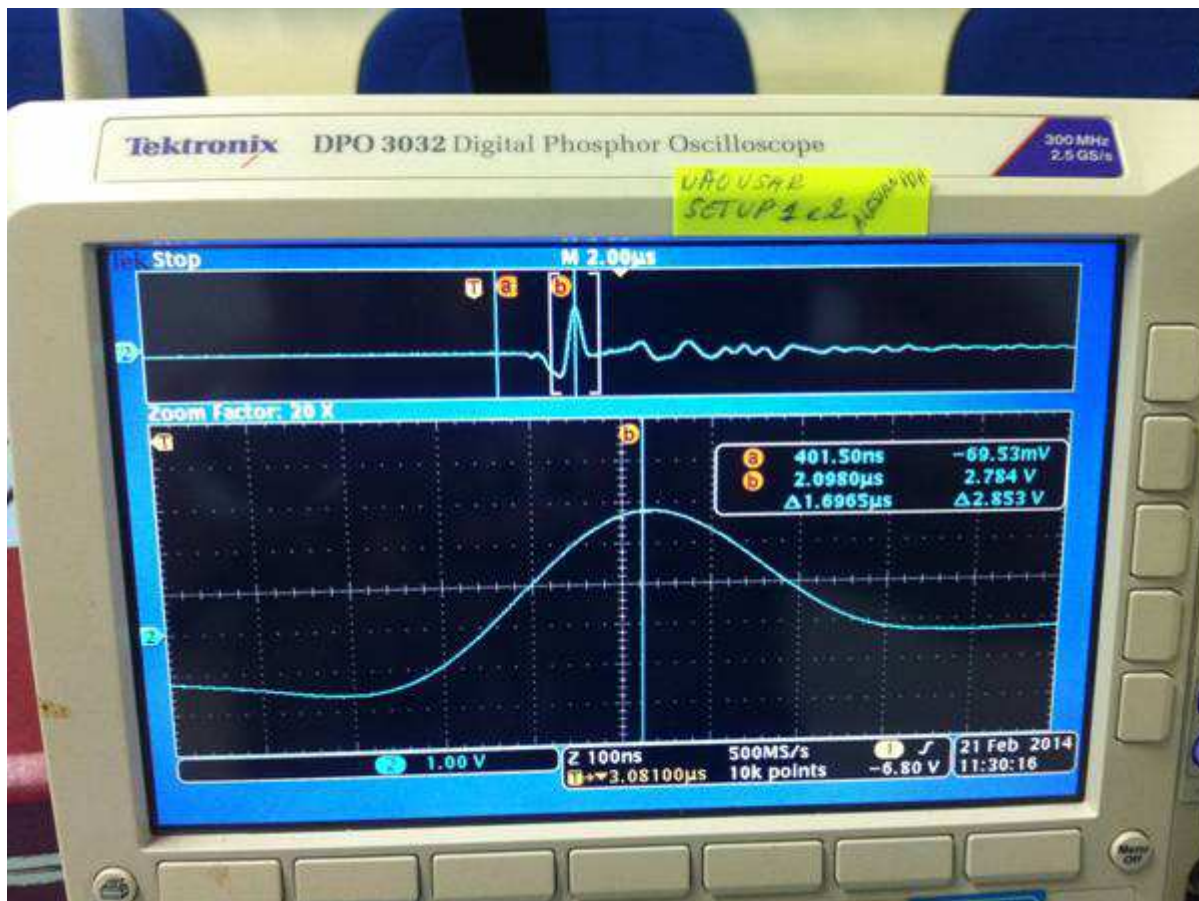


Figura 14- Obtenção dos sinais das ondas ultrassônicas: a tela do osciloscópio é dividida em duas partes. A parte de cima da tela do osciloscópio pode-se observar o ponto (a) e um ponto (b).

O método ultrassônico usado foi o método de transmissão, onde a onda ultrassônica emitida pelo transdutor emissor percorre o material, a pastilha de alumina, e é recebida pelo transdutor receptor. O tempo de percurso da onda ultrassônica é o tempo decorrido entre o pulso de saída e o de chegada e é função da altura pastilha de alumina (espaço percorrido pela onda ultrassônica) e de sua estrutura interna (como por ex. vazios, tamanho de grãos etc..).

Usando a metodologia descrita acima foram medidos os tempos de percurso de ondas ultrassônicas longitudinais e cisalhantes nos 2 lotes de 10 pastilhas com densidade de 96% e 92% respectivamente. Cada pastilha teve o tempo medido 10 vezes para a estimativa de desvio padrão do conjunto de medidas.

Na figura 13 o ponto (a) é um ponto de referência o qual foi obtido por transmissão direta entre os dois transdutores, no qual foi gerado um sinal, semelhante ao mostrado

na tela inferior do osciloscópio. O cursor do osciloscópio foi posicionado no ponto máximo desse sinal.

O ponto (b) fica ampliado com mostra a parte inferior da tela e são os sinais de tempo obtidos quando são colocadas as pastilhas entre os transmissores.



Figura 15: Transdutores de ondas longitudinais, sendo gerado o sinal para a obtenção do tempo de percurso da onda longitudinal na pastilha.

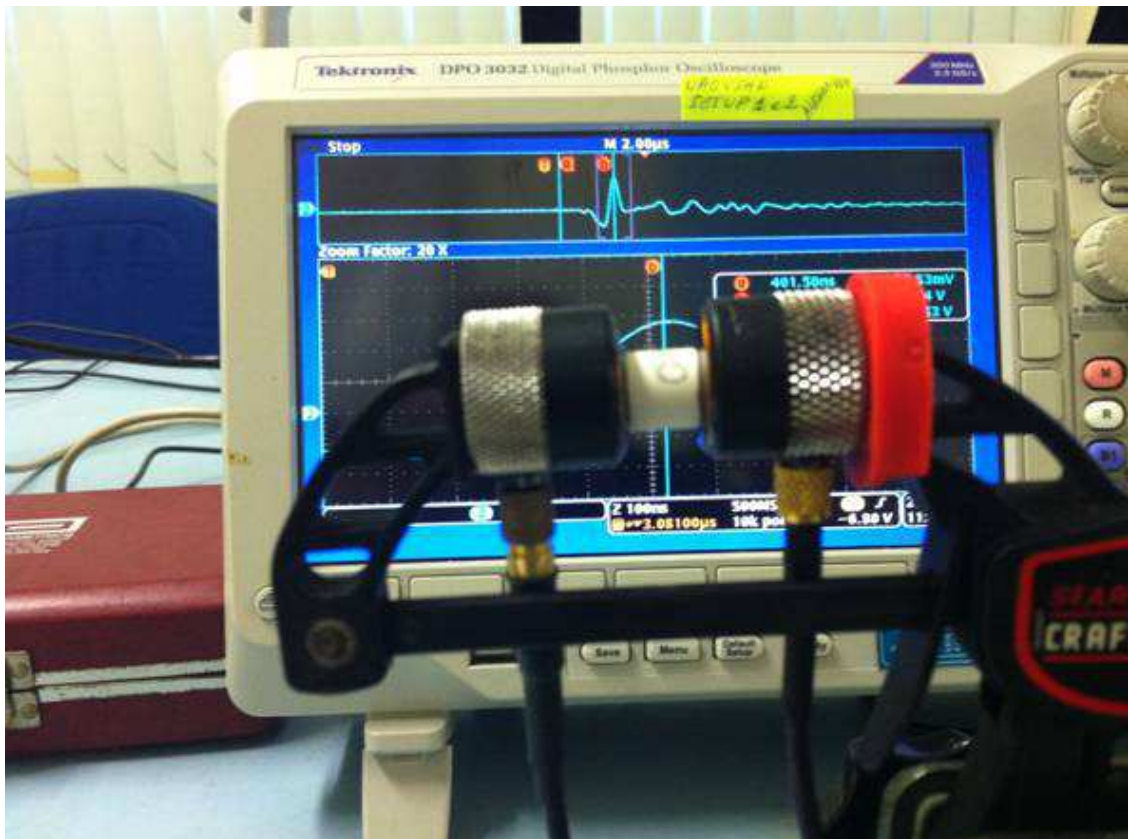


Figura 16: Transdutores de ondas transversais, sendo gerado o sinal para a obtenção do tempo de percurso da onda transversal na pastilha.

A partir da média do tempo de percurso medido nas pastilhas de 96% e 92% de densidade relativa e da média de suas alturas, foram obtidas as velocidades das ondas longitudinais e cisalhantes para a alumina.

Substituindo essas velocidades nas equações 3, 6 e 7 foram calculadas as respectivas constantes elásticas da alumina.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Tabelas das densidades.

As tabelas 3 e 4 mostram os valores das densidades obtidos no LabMat.

Nota-se uma diferença de densidades relativa (%DT), pois essa densidade é determinada pela relação entre densidade geométrica e a densidade teórica onde a densidade geométrica provém das dimensões das pastilhas após a sinterização, onde temperatura interna do forno difere em determinados pontos dentro do forno.

Além disso, a temperatura de sinterização varia numa faixa de 1600°C a 1650°C, onde o tempo e a temperatura de sinterização variam de acordo com a granulometria da alumina.

Baseado na ordem de numeração dadas as pastilhas pelo LabMat, primeiramente são mostrados os dados das pastilhas de 96% e posteriormente de 92% de densidade relativa.

Tabela 3- Pastilhas de alumina com 96% de densidade relativa – Dados da massa seca, massa imersa, massa úmida, densidade hidrostática, densidade teórica, altura, diâmetro e densidade relativa (%DT). ***

Pastilha	Massa Seca (g)	Massa Imersa (g)	Massa Úmida (g)	Densidade Hidrostática (g/cm ³)	DT (g/cm ³)	Altura (mm)	Diâmetro (mm)	Densidade Geométrica (g/cm ³)	%DT
30	1,95565	1,55301	1,95637	3,83	3,96	8,96	8,56	3,837318001	96,90%
31	1,9417	1,54062	1,94175	3,82	3,96	8,91	8,563	3,828862999	96,69%
32	1,94341	1,54235	1,94385	3,82	3,96	8,93	8,57	3,817233614	96,39%
33	1,96453	1,55728	1,96463	3,81	3,96	8,99	8,575	3,828142012	96,67%
34	1,96453	1,55728	1,96463	3,81	3,96	8,99	8,575	3,828142012	96,67%
35	1,96007	1,55697	1,96022	3,84	3,96	8,96	8,561	3,84508178	97,10%
36	1,95937	1,55454	1,96007	3,82	3,96	8,99	8,578	3,815385739	96,35%
37	1,95696	1,55677	1,95709	3,86	3,96	8,96	8,531	3,866349192	97,64%
38	1,93673	1,53591	1,93719	3,81	3,96	8,95	8,542	3,820730602	96,48%
39	1,9499	1,5475	1,95078	3,82	3,96	8,95	8,581	3,81141631	96,25%
Média da Altura e do Diâmetro da Pastilha						8,96	8,56	-	-
Média da Densidade Hidrostática				3,82	Média da Densidade Geométrica			3,828142012	-
Desvio Padrão				0,016	Desvio Padrão			0,017	-

***Laudo dos valores obtidos no Laboratório de Caracterização de Materiais do Centro Tecnológico da Marinha

Tabela 4- Pastilhas de alumina com 92% de densidade relativa – Dados da massa seca, massa imersa, massa úmida, densidade hidrostática, densidade teórica, altura, diâmetro e densidade relativa (%DT). ***

Pastilha	Massa Seca (g)	Massa Imersa (g)	Massa Úmida (g)	Densidade Hidrostática (g/cm ³)	DT (g/cm ³)	Altura	Diâmetro	Densidade Geométrica (g/cm ³)	%DT
40	1,97529	1,56338	1,98215	3,73	3,96	9,11	8,697	3,690833395	93,20%
41	1,96034	1,55034	1,96793	3,71	3,96	9,11	8,687	3,671432021	92,71%
42	1,98538	1,56783	1,98896	3,72	3,96	9,15	8,713	3,679585882	92,92%
43	1,94824	1,54145	1,95356	3,73	3,96	9,07	8,668	3,681311015	92,96%
44	1,96542	1,55527	1,97456	3,70	3,96	9,11	8,69	3,678376522	92,89%
45	1,96607	1,55386	1,97535	3,69	3,96	9,09	8,736	3,648614496	92,14%
46	1,96091	1,55186	1,97134	3,69	3,96	9,08	8,715	3,660866164	92,45%
47	1,92541	1,52142	1,93099	3,71	3,96	9,04	8,631	3,682107773	92,98%
48	1,96568	1,55345	1,97268	3,70	3,96	9,13	8,685	3,674989124	92,80%
49	1,9707	1,55832	1,97717	3,72	3,96	9,13	8,696	3,674954973	92,80%
Média da Altura e do Diâmetro da Pastilha						9,1	8,69	-	-
Média da Densidade Hidrostática				3,71	Média da Densidade Geométrica			3,676682823	-
Desvio Padrão				0,015	Desvio Padrão			0,011	-

***Laudo dos valores obtidos no Laboratório de Caracterização de Materiais do Centro Tecnológico da Marinha

3.2 Valores dos tempos e velocidades transversais e longitudinais para pastilhas de 96% de densidade.

As tabelas a seguir são resultado dos valores obtidos no Laboratório de Ultrassom do IEN, realizados através do método de transmissão direta com os transdutores e os valores obtidos mostrados na tela do osciloscópio.

3.2.1 Medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais

A Tabela 5 mostra as dez medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais em cada pastilha de alumina.

Tabela 5- Pastilhas 96% de densidade – Tempo de percurso de ondas longitudinais

Nº Past.	Tempo1 (ns)	Tempo2 (ns)	Tempo3 (ns)	Tempo4 (ns)	Tempo 5 (ns)	Tempo 6 (ns)	Tempo 7 (ns)	Tempo 8 (ns)	Tempo 9 (ns)	Tempo10 (ns)	Tempo Médio
30	876	878	876	876	876	884	876	880	876	876	877,4
31	876	872	872	872	878	874	880	876	876	884	875,6
32	880	884	884	888	884	884	884	884	880	876	883,6
33	893	888	884	888	892	888	888	888	884	888	888,1
34	894	885	886	888	888	889	889	886	889	888	888,2
35	878	884	880	879	880	880	886	876	874	880	879,7
36	888	888	888	888	888	888	888	888	884	884	887,2
37	880	880	876	872	876	876	876	876	876	876	876,4
38	892	892	892	894	892	893	892	892	893	892	892,4
39	880	876	876	880	878	880	880	882	882	884	879,8
Tempo Médio Total											882,8
Desvio médio padrão											2,49

É observada na tabela 5 uma leve flutuação de valores nas dez medidas de tempo em cada pastilha de mesma porosidade. Um exemplo da pastilha nº 30 com densidade relativa de 96,90%, teve seu tempo medido dez vezes e obteve-se medidas distintas. Talvez seja o resultado do acoplamento entre as pastilhas e/ ou a força de compressão exercida entre elas, pois se trata de uma compressão manual.

Eles ainda diferem em %DT e na altura. A diferença entre a velocidade da pastilha 39 e na 35 (DT 96,25% e 97,10% respectivamente) é de 16,4 m/s.

A tabela 6 registra os valores médios de velocidade longitudinais em cada pastilha de alumina.

Tabela 6 - Velocidades das ondas ultrassônicas longitudinais obtidas para as pastilhas de alumina com 96% de densidade.

Nº Past.	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	Veloc. Média Total
Veloc. Média (m/s)	10223,4	10244,4	10244,4	10151,7	10100,2	10099,1	10196,7	10110,5	10235,1	10195,5	10160,9
Desvio Padrão											67,5

Velocidade Longitudinal (V_L) = 10160,9 ($\pm 67,5$) m/s.

Para essa velocidade 0,1 mm de variação na amostra equivale aproximadamente a 10 ns no tempo.

O valor da Velocidade Longitudinal (V_L) utilizada para a obtenção das constantes elásticas é o valor da Velocidade Média Total mostrada na Tabela 6.

3.2.2 Medidas de tempo de percurso das ondas transversais

A Tabela 7 mostra as dez medidas de tempo de percursos das ondas transversais em cada pastilha.

Tabela 7- Pastilhas 96% de densidade – Tempo de percurso de ondas transversais

Nº Past.	Tempo1 (ns)	Tempo2 (ns)	Tempo3 (ns)	Tempo4 (ns)	Tempo 5 (ns)	Tempo 6 (ns)	Tempo 7 (ns)	Tempo 8 (ns)	Tempo 9 (ns)	Tempo10 (ns)	Tempo Médio
30	1.510	1.508	1.501	1.504	1.504	1.500	1.504	1.510	1.516	1.498	1.505,5
31	1.504	1.504	1.504	1.506	1.504	1.504	1.504	1.506	1.504	1.505	1.504,5
32	1.524	1.513	1.516	1.521	1.504	1.525	1.518	1.518	1.526	1.526	1.519,1
33	1.517	1.516	1.524	1.524	1.524	1.524	1.524	1.526	1.531	1.525	1.523,5
34	1.556	1.555	1.556	1.556	1.556	1.555	1.555	1.554	1.556	1.554	1.555,3
35	1.512	1.512	1.511	1.510	1.510	1.513	1.511	1.513	1.510	1.512	1.511,4
36	1.567	1.572	1.568	1.569	1.569	1.571	1.574	1.572	1.574	1.573	1.570,9
37	1.566	1.569	1.571	1.566	1.574	1.568	1.569	1.574	1.572	1.571	1.570
38	1.589	1.581	1.584	1.583	1.580	1.584	1.580	1.582	1.584	1.588	1.583,5
39	1.573	1.569	1.569	1.569	1.569	1.568	1.568	1.569	1.568	1.568	1.569
Tempo Médio Total											1.541,3
Desvio médio padrão											2,51

É observada na tabela 7 uma leve flutuação de valores nas dez medidas de tempo em cada pastilha de mesma porosidade. Um exemplo da pastilha nº 30 com densidade relativa de 96,90%, teve seu tempo medido dez vezes e obteve-se medidas distintas. Talvez seja o resultado do acoplamento entre as pastilhas e/ ou a força de compressão exercida entre elas, pois se trata de uma compressão manual.

A tabela 8 registra os valores médios de velocidade transversal em cada pastilha.

Tabela 8- Velocidades das ondas ultrassônicas transversais obtidas para as pastilhas de alumina com 96% de densidade.

Nº Past.	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	Veloc. Média Total
Veloc. Média (m/s)	5958,2	5962,1	5904,8	5887,8	5767,4	5934,9	5710,1	5713,4	5664,7	5717	5822
Desvio Padrão											136,7

Velocidade Transversal (V_T) = 5822 (\pm 136,7) m/s

O valor da Velocidade Transversal (V_T) utilizada para a obtenção das constantes elásticas é o valor da Velocidade Média Total mostrada na Tabela 7.

3.3 Valores dos tempos e velocidades transversais e longitudinais para pastilhas de 92% de densidade.

As tabelas a seguir são resultado dos valores obtidos no Laboratório de Ultrassom do IEN.

3.3.1 Medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais

A Tabela 9 mostra as dez medidas de tempo de percurso das ondas longitudinais em cada pastilha.

Tabela 9- Pastilhas 92% de densidade – Tempo de percurso de ondas longitudinais

Nº Past.	Tempo1 (ns)	Tempo2 (ns)	Tempo3 (ns)	Tempo4 (ns)	Tempo 5 (ns)	Tempo 6 (ns)	Tempo 7 (ns)	Tempo 8 (ns)	Tempo 9 (ns)	Tempo10 (ns)	Tempo Médio
40	944	940	940	936	934	936	936	936	936	944	938,2
41	938	944	946	944	944	948	948	946	948	944	945
42	952	946	948	952	948	948	948	948	948	947	948,5
43	944	942	936	934	936	934	940	944	942	940	939,2
44	944	948	944	944	940	944	944	944	944	944	944
45	943	944	942	944	940	940	944	944	944	944	944
46	934	932	932	932	936	936	930	932	932	930	942,8
47	932	938	932	936	934	932	936	932	932	932	932,6
48	948	944	948	948	944	944	942	946	943	944	933,6
49	940	940	940	944	940	940	944	944	940	944	941,6
Tempo Médio Total											941,06
Desvio médio padrão											2,23

É observada na tabela 9 uma leve flutuação de valores nas dez medidas de tempo em cada pastilha de mesma porosidade. Um exemplo da pastilha nº 40 com densidade relativa de 93,20%, teve seu tempo medido dez vezes e obteve-se medidas distintas. Talvez seja o resultado do acoplamento entre as pastilhas e/ ou a força de compressão exercida entre elas, pois se trata de uma compressão manual.

A tabela 10 registra os valores médios de velocidade longitudinal em cada pastilha.

Tabela 10 – Velocidades das ondas ultrassônicas longitudinais obtidas para as pastilhas de alumina com 92% de densidade.

Nº Past.	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	Veloc. Média Total
Veloc. Média (m/s)	9560,9	9492,1	9457	9550,7	9502,1	9514,2	9618,3	9608	9491	9526,3	9532
Desvio Padrão											52,2

Velocidade Longitudinal (V_L) = $9532 \pm 52,2$ m/s

O valor da Velocidade Longitudinal (V_L) utilizada para a obtenção das constantes elásticas, é o valor da Velocidade Média Total mostrada na Tabela 10.

3.3.2 Medidas de tempo de percurso das ondas transversais

A Tabela 11 mostra as dez medidas de tempo de percursos das ondas transversais em cada pastilha.

Tabela 11- Pastilhas 92% de densidade – Tempo de percurso de ondas transversais

Nº Past.	Tempo1 (ns)	Tempo2 (ns)	Tempo3 (ns)	Tempo4 (ns)	Tempo 5 (ns)	Tempo 6 (ns)	Tempo 7 (ns)	Tempo 8 (ns)	Tempo 9 (ns)	Tempo10 (ns)	Tempo Médio
40	1.702	1.711	1.704	1.711	1.702	1.702	1.704	1.702	1.702	1.702	1.704,2
41	1.709	1.708	1.708	1.711	1.708	1.708	1.710	1.708	1.708	1.708	1.708,6
42	1.798	1.788	1.788	1.788	1.788	1.788	1.788	1.788	1.788	1.788	1.7089
43	1.820	1.810	1.813	1.811	1.811	1.811	1.811	1.813	1.805	1.809	1.811,4
44	1.705	1.704	1.702	1.702	1.702	1.702	1.702	1.702	1.702	1.702	1.702,5
45	1.718	1.716	1.716	1.720	1.717	1.716	1.717	1.716	1.717	1.718	1.717,1
46	1.702	1.702	1.694	1.702	1.694	1.698	1.694	1.694	1.694	1.700	1.697,4
47	1.667	1.666	1.666	1.666	1.666	1.665	1.666	1.665	1.666	1.666	1.665,9
48	1.666	1.680	1.678	1.677	1.678	1.676	1.676	1.678	1.677	1.678	1.676,4
49	1.724	1.722	1.726	1.728	1.726	1.725	1.722	1.728	1.724	1.726	1.725,1
Tempo Médio Total											1.719,8
Desvio médio padrão											2,65

É observada na tabela 11 uma leve flutuação de valores nas dez medidas de tempo em cada pastilha de mesma porosidade. Um exemplo da pastilha nº 40 com densidade relativa de 93,20%, teve seu tempo medido dez vezes e obteve-se medidas distintas. Talvez seja o resultado do acoplamento entre as pastilhas e/ ou a força exercida de compressão entre elas, pois se trata de uma compressão manual.

A tabela 12 registra os valores médios de velocidade transversais em cada pastilha.

Tabela 12- Velocidades das ondas ultrassônicas transversais obtidas para as pastilhas de alumina com 92% de densidade.

Nº Past.	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	Veloc. Média Total
Veloc. Média (m/s)	5263,5	5249,9	5014	4952	5268,7	5223,9	5284,6	5384,5	5350,8	5199,7	5219,2
Desvio Padrão											117,93

Velocidade Transversal (V_T) = 5219,2 ± 117,93 m/s

O valor da Velocidade Transversal (V_T) utilizada para a obtenção das constantes elásticas, é o valor da Velocidade Média Total mostrada na Tabela 12.

3.4 Cálculos para a obtenção das constantes elásticas da alumina

Na tabela 13, a seguir, são compilados, os valores médios medidos das seguintes grandezas medidas nas 10 pastilhas de 96% de densidade relativa e nas 10 pastilhas de 92% de densidade relativa, o tempo de percurso das ondas ultrassônicas longitudinal e transversal, e de suas alturas e densidades hidrostáticas. Também, são apresentadas as velocidades da onda ultrassônica longitudinal e cisalhante, calculadas a partir desses dados.

Tabela 13 - Valores médios de densidade e altura das pastilhas de alumina e do tempo de percurso das ondas ultrassônicas. Velocidades ultrassônicas medida na alumina 96% e 92% de densidade.

Densidade relativa	Tempo da onda transversal (ns)	Tempo da onda longitudinal (ns)	Velocidade da onda transversal V_T (m/s)	Velocidade da onda longitudinal V_L (m/s)	ρ (g/cm ³)	Altura (mm)
96%	1541,3	882,8	5822	10160,9	3,83	8,96
92%	1.719,8	941,06	5219,2	9532	3,71	9,1

Finalmente, a tabela 14 oferece os valores das constantes elásticas para alumina com 96% e 92% de densidade, obtidas através das equações (3), (6) e (7).

Tabela 14- Dados das constantes elásticas experimentais.

Densidade relativa	E (GPa)	ν	G(GPa)
96%	326	0,2556	130
92%	259	0,2859	101

Na Tabela 15, são apresentados valores de módulo de Young, módulo de cisalhamento e coeficiente de Poisson obtidos em alumina de diferentes densidades, para fins de comparação com aqueles determinados por ultrassom nesse trabalho e apresentados na Tabela 14. Os resultados deste trabalho foram obtidos por ultrassom em material com densidades relativas de 96% e 92%. Da literatura, são apresentados resultados de Yoshimura [33], também obtidos por ultrassom, mas com densidade 100%, e da *The American Ceramic Society* [34], para densidades de 85% e 94%, mas obtidos pelo processo convencional, a partir de ensaios mecânicos.

Assim, devido à dificuldade em realizar ensaios mecânicos em corpos de prova cerâmicos, os valores de referência para os módulos de elasticidade dos corpos de prova utilizados neste trabalho foram obtidos a partir da interpolação dos resultados encontrados nas referências citadas. Essa comparação mostra que os resultados deste

trabalho estão coerentes, mesmo considerando diferentes procedimentos para a obtenção dessas constantes e desconhecendo possíveis diferenças da alumina de origem usadas pelos experimentadores (por ex. granulometria e pureza).

Tabela 15 - Comparativo das constantes elásticas da literatura e dos valores obtidos experimentalmente para a pastilha de 96% e 92% de densidade.

DENSIDADE RELATIVA (%)	E (GPa)	ν	G (GPa)
85 [34]	220	0,22	90
92	259	0,29	101
94 [34]	277	0,21	117
96	326	0,26	130
100 [33]	421	0,24	171 165*

(*) Módulo de cisalhamento obtido em alumina 100% a partir de ensaios mecânicos pela American Ceramic Society. (Coors Porcelain Data Sheet 0001, August 1964) – in Table 9 Alumina as a Ceramic Material.

Segundo H.N. Yoshimura [33], os valores determinados das propriedades da alumina com porosidade zero, foram: velocidade longitudinal, **VL= 11225 (\pm 208) m/s**; velocidade transversal, **VT= 6576 (\pm 96)m/s**; coeficiente de Poisson, **$\nu =0,241 (\pm 0,005)$** ; módulo de Young, **E= 421 (\pm 18) GPa**; módulo de cisalhamento, **G=171 (\pm 8) GPa**.

Tomando como referência os valores de velocidade da onda ultrassônica na alumina, obtidos por Yoshimura, pode-se inferir que as medidas obtidas neste trabalho estão de coerentes com as medidas verificadas na literatura

Para complementar as conclusões acima, segue outra forma de compararmos os resultados apresentados experimentalmente.

A Tabela 16 mostra os valores de densidades observados na literatura e seus respectivos valores de módulo de elasticidade e cisalhamento. [33,34]

Tabela 16- Densidade relativa x E(GPa) da literatura x G (GPa) da literatura

Densidade relativa (%)	E (GPa)	G (GPa)
85	220	90
94	277	117
100	421	171

O gráfico da Figura 17 foi obtido utilizando ajuste polinomial de segunda ordem, ou seja, uma equação de segundo grau. De todos os ajustes testados, este foi o que forneceu o melhor coeficiente de correlação, obtendo um valor $R^2=1$, o que mostra que o ajuste polinomial se encaixa muito bem a estes dados.

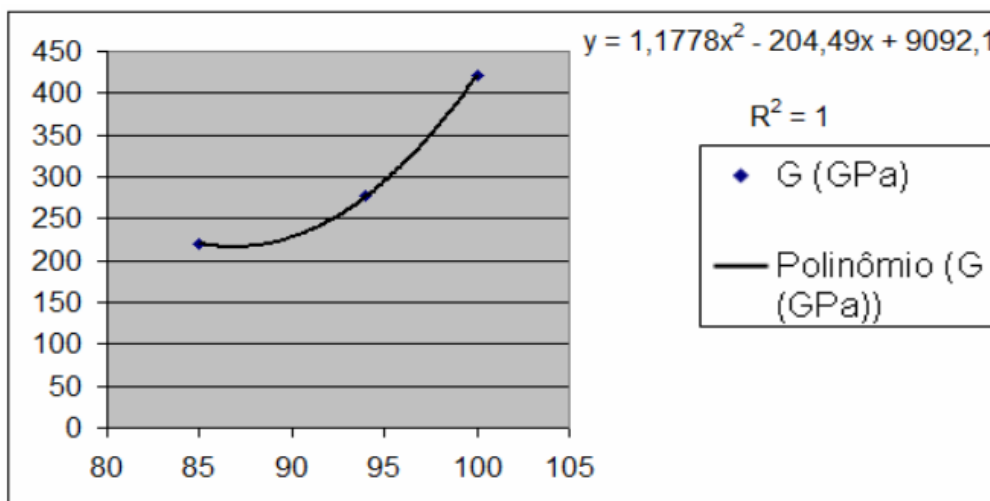


Figura 17: Gráfico de ajuste polinomial dos valores do módulo de elasticidade (E) x densidade relativa (%) da literatura.

A equação fornecida para este ajuste foi a seguinte:

$$Y = 1,1778X^2 - 204,49X + 9092,1 \quad (13)$$

Onde Y representa os valores dos módulos de elasticidade e X os valores de densidade relativa.

Em seguida os valores obtidos experimentalmente foram substituídos na equação acima.

Substituindo X por 96 (densidade da pastilha analisada), obtém-se um valor para $Y=308$ GPa aproximadamente (lembrando que Y representa o módulo de elasticidade de acordo com a equação 9), enquanto o valor determinado pela técnica ultrassônica utilizada foi de **326 (± 21)** GPa.

A título de comparação, assumindo como referência o valor de **308 GPa** para o módulo de elasticidade da pastilha de 96%, encontrado através da interpolação, o valor encontrado experimentalmente (**326 GPa**) fornece um desvio de 5,8%, estando ainda dentro da incerteza determinada (± 21 GPa), que indica que a medida realizada está entre **305 e 347 GPa**.

Substituindo X por 92 (densidade da pastilha analisada), obtém-se um valor para Y=248 GPa aproximadamente (lembrando que Y representa o módulo de elasticidade de acordo com a equação 9), enquanto o valor determinado pela técnica ultrassônica utilizada, foi de **259 (± 17) GPa**.

A título de comparação, assumindo como referência o valor de **248 GPa** para o módulo de elasticidade da pastilha de 92%, encontrado através da interpolação, o valor encontrado experimentalmente (**259 GPa**) fornece um desvio de 4,4%, estando ainda dentro da incerteza determinada (± 17 GPa), que indica que a medida realizada está entre **242 e 276 GPa**.

O gráfico da Figura 18, também foi obtido em Excel por ajuste polinomial de segunda ordem, ou seja uma equação de segundo grau. Bem como no gráfico anterior, este ajuste foi o que forneceu o melhor coeficiente de correlação, obtendo um valor **R=1**, o que mostra mais uma vez que o ajuste polinomial se encaixa muito bem a estes dados.

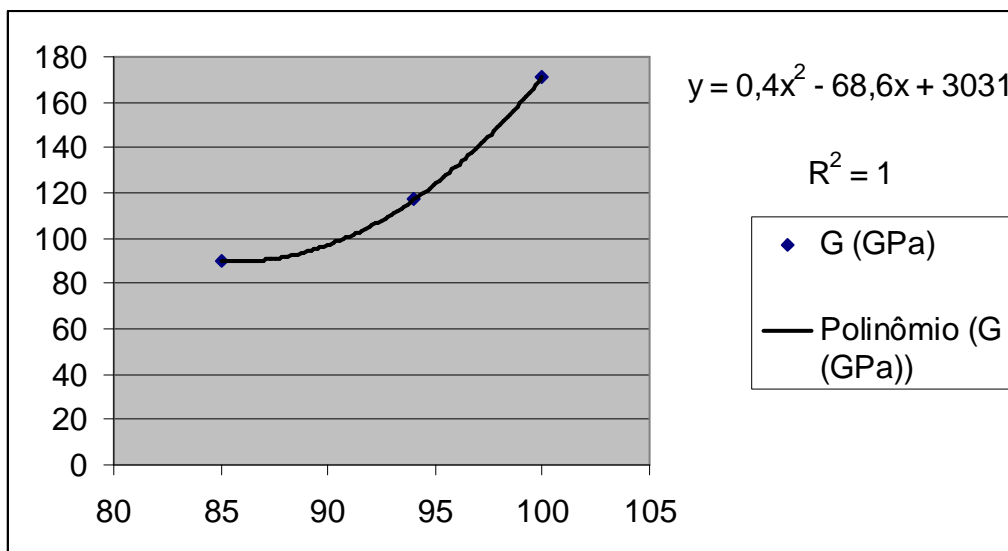


Figura 18: Gráfico de ajuste polinomial dos valores do módulo de cisalhamento (G) x densidade relativa (%) da literatura.

A equação fornecida para este ajuste foi a seguinte:

$$Y = 0,4X^2 - 68,6X + 3031 \quad (14)$$

O cálculo do módulo de cisalhamento (G) para uma pastilha de 96% de densidade através da equação acima, fornece um resultado de **131,8 GPa**, enquanto o valor determinado pela técnica ultrassônica foi de **130 (±7)GPa**.

Comparativamente, assumindo como referência o valor de **131,8 GPa** para o módulo de cisalhamento da pastilha de 96%, encontrado através da interpolação, o valor encontrado experimentalmente (**130 GPa**) fornece um desvio de 1,4%, estando ainda dentro da incerteza determinada (**±7 GPa**), que indica que a medida realizada está entre **123 e 137 GPa**.

O cálculo do módulo de cisalhamento (G) para uma pastilha de 92% de densidade através da equação acima, fornece um resultado de **105,4 GPa**, enquanto o valor determinado pela técnica ultrassônica é de **101(±5)GPa**.

Comparativamente, assumindo como referência o valor de **105,4 GPa** para o módulo de cisalhamento da pastilha de 96%, encontrado através da interpolação, o valor encontrado experimentalmente (**101 GPa**) fornece um desvio de 4,4%, estando ainda dentro da incerteza determinada (**±5 GPa**), que indica que a medida realizada está entre **96 e 106 GPa**.

4 CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste trabalho mostram que a técnica ultrassônica sugerida para a medida das constantes elásticas em materiais cerâmicos, forneceu valores comparáveis aos encontrados nas referências consultadas, ao se utilizar corpos de prova de alumina na faixa de densidade avaliada.

O método ultrassônico realizado foi por transmissão direta e não no modo de transmissão pulso-eco como usualmente realizados no LABUS/IEN onde este trabalho foi desenvolvido.

De acordo com o procedimento adotado para comparação, os resultados obtidos neste trabalho apresentam uma diferença máxima de 5,8% em relação aos resultados encontrados nas referências consultadas. Desta forma, a técnica ultrassônica pode ser usada para a obtenção das constantes elásticas em pastilhas de alumina na faixa de densidade avaliada, de maneira rápida e não destrutiva, diferentemente de técnicas convencionais conhecidas que são destrutivas.

Assim, essa nova técnica em ensaios não destrutivos para caracterização de materiais, baseia-se na variação da velocidade da onda ultrassônica em função do espaço e material em que se propaga. Foi analisada a variação do tempo de percurso da onda ultrassônica em diversos corpos de prova com características conhecidas e procurou-se criar uma correlação entre a velocidade da onda ultrassônica e a densidade relativa do material analisado (alumina).

5 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Em continuidade a esse estudo é importante a investigação de medidas dessas constantes dentro desse intervalo, porém com outros valores de densidade relativa (por ex. 94 e 95%), bem como realizar medições ultrassônicas para a obtenção das constantes elásticas em corpos de prova cerâmicos em que seja possível obter mecanicamente essas mesmas constantes elásticas e dessa forma aferir o método ultrassônico.

Diminuir a margem de erro.

Outros fatores que possam influenciar as constantes elásticas.

Em seguida, realizar estudos de viabilidade de utilização dessa técnica em pastilhas de combustível nuclear (UO₂), no qual devido as dificuldades e limitações no manuseio deste material, esta técnica possa ter sua utilidade ainda mais realçada, devido à não necessidade de fratura dos corpos de prova, evitando a geração de resíduos que devem ser monitorados.

REFERÊNCIAS

1. ASSOCIACAO BRASILEIRA DE ENERGIA NUCLEAR. **Brasil Nuclear**. Rio de Janeiro, RJ: ano 14 n. 33, set.2008. Periódico.
2. Perrota, J. A; Curso de Difusão Nuclear; USP; Julho 2012.
3. ASM International, "Engineering Materials Handbook - Ceramics and Glasses", Vol.4, The Materials Information Society, EUA (1991), p. 100-107, 270-290.
4. W. D. Kingery, H.K. Bowen, D.R. Uhlmann, "Introduction to Ceramics", 2* Edition, John Wiley & Sons, N J, EUA (1975), p.194-196, 381-440.
5. L. M. Sheppard, "Advances in Processing of Ceramics", Ceramic Bulletin, Vol. 67, N° 10, 1988, p. 1649-1653.
6. A. G. P. Silva e C. A. Júnior, "Teoria de Sinterização por Fase Sólida; Uma Análise Crítica de Sua Aplicação", Cerâmica, 44 (289), 1998, p. 171-176.
7. A. G. P. Silva e C. A. Júnior, "A Sinterização Rápida: Sua Aplicação, Análise e Relação com as Técnicas Inovadoras de Sinterização", Cerâmica, 44 (290), 1998, p. 225-232.
8. ASM International, "Engineering Materials Handbook - Powder Metallurgy", Vol. 7, 5* Edition, ASM Handbook Committee, EUA (1993), p. 272-275, 278-281.
9. J. A. Varela, E. Longo, Princípios de Sinterização em Estado Sólido - Parte I: Modelos Teóricos", Cerâmica, Vol. 30 (172), 1984, p. 95-101.
10. VAN VLACK, Lawrence H. Propriedades dos Materiais Cerâmicos. Ed. Edgard Blücher Ltda. São Paulo, 1973.
11. KINGERY, W.D., BOWMEN, H.K., UHLMANN, D.R. Introduction to

Ceramics. 2^a Edition. John Wiley & Sons. Cambridge, Massachusetts, 1976.

12. R.J. Coble, "Sintering of Crystalline Solids II - Experimental Test of Diffusion Models In Powder Compacts", J. Appl. Phys., Vol 32 (N° 5), 1971, p 793-799.

13. F. S. Galasso, "Structure, Properties and Preparation of Perovskite type Compounds", Pergamon Press, Oxford, UK (1969), p. 07-59.

14. M. F. Yan, "Microstructural Control in the Processing of Electronic Ceramics", Mat. Sci. Eng., Vol 48, 1981, p 53-72.

15. J. M. Smith e H. C. Van Ness, "Introdução à Termodinâmica da Engenharia Química", Editora Guanabara Koogan, 3^a Edição, R.J., BR (1980), p. 21.

16. D. Turnbull, "Theory of Grain Boundary Migration Rates", Trans. AIME, Vol191, 1951,p 661.

17. J. A. Varela, E. Longo, "Princípios de Sinterização em Estado Sólido - Parte II: "Sinterização de Compactos Reais", Cerâmica, Vol. 30 (172), 1984, p. 103-111.

18. Dörre and H. Hübner, "Alumina - Processing, Properties, and Applications", Springer-Verlag, N.Y., USA (1984), p. 2, 52-54, 75-78, 198.

19. J. B. Wachtman, "Mechanical Properties of Ceramics", 1^a Edition, Wiley-Interscience Ed., N. Y. (USA), 1996, p. 23-26, 82-86, 72-80, 357-361.

20. J. L. A. Albaro, "A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial: Parte II", Cerâmica Industrial, Vol. 5, n° 6, 2000, p.14-20.

21. J. L. A. Albaro, "A Operação de Prensagem: Considerações Técnicas e sua Aplicação Industrial", Cerâmica Industrial: Parte III, Vol. 6, n° 1, 2001, p.15-23.

22. W. H. Gitzen, "Alumina as a Ceramic material", 1^o Edition, The American Ceramic Society Inc., Ohio, USA (1970), p. 43-54, 111-115, 121-125.

23. Baroni, D. B., Desenvolvimento de Técnica Ultra-sônica para medida de porosidade em pastilhas de UO_2 [mestrado]. Instituto de Engenharia Nuclear, Rio de Janeiro.
24. GOMEZ F. Ramirez., “Introducción a los métodos de ensayos no desrutivos de control de la calidad de los materiales ”, INTA, 2ª edição, p. 227-228, 1980.
25. Kobayashi, A. S. - "Handbook on Experimental Mechanics" - Prentice-Hall, USA, 2nd edition, 1996.
26. Ortega, L.P.C.; Bittencourt, M.S.Q.; Lamy, C.A; Filho, J.C.P., Obtenção de Constantes Elásticas por Ultrassom em meios Isotrópicos e levemente Ortotrópicos. III Pan American Conference for Nondestructive Testing. 2003.
27. Schreiber, E.; Anderson, O. L.; Soga, N. - "Elastic Constants and Their Measurement" -McGraw-Hill, NY, 1973.
28. HALLIDAY, D.; RESNICK, R.;KRANE,K.S.“Física Volume 1 ”, 5ª Edição, LTC S/A,p. 125 e 129, 2004.
29. Yu, C. J.; Henry, R. J.; Prucher, T.; Parthasarathi, S.; Jo, J. - "Resonant Frequency Measurements for the Determination of Elastic Properties of Powder Metallurgy Components " - SPIE - The International Society for Optical Engineering, 1990.
30. Griffiths, T. J.; Ghanizadeh, A. - "Determination of Elastic Constants for Porous Sintered Iron Powder Compacts" - Powder Metallurgy, v. 29, n. 2, p. 129-133, 1986.
31. PANAKKAL J. P., GHOS J. K., ROY P. R., “ Use of ultrasonic velocity for measurement of density of sintered fuel pellets ” J. Phys. D: Applied Phys. 17, p. 1791-1795, 1984.
32. ANSI/ASTM. ASTM E 494. Standard Recommended for Measuring Ultrasonic Velocity in Practice Materials, Philadelphia.1995: 11p.

33. Yoshimura, H.N.; Molinasi, A.L; Siqueira, G.R; Camargo, A.C; Narita, N.E.; Cesar, P.F.; Goldenstein, H., Efeito da porosidade nas propriedades mecânicas de uma alumina de elevada pureza. Associação Brasileira de Cerâmica. 2005. Vol. 51: p 239-

34. Alumina as a Ceramic Material. The American Ceramic Society-Special Publication no 4; Mechanical Proprieties of Alumina. 1964; p.46