

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS**

IDENTIFICAÇÃO DOS PARÂMETROS DO MODELO DE
DRUCKER-PRAGER/CAP PARA ESTUDO DA
DENSIFICAÇÃO MECÂNICA DE ALUMINA ATOMIZADA

Filipe Oliveira Rocco

São Carlos - SP

2019

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DE TECNOLOGIA
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA E
ENGENHARIA DE MATERIAIS

IDENTIFICAÇÃO DOS PARÂMETROS DO MODELO DE
DRUCKER-PRAGER/CAP PARA ESTUDO DA
DENSIFICAÇÃO MECÂNICA DE ALUMINA ATOMIZADA

Filipe Oliveira Rocco

Tese apresentada ao Programa
de Pós-Graduação em Ciência e Engenha-
ria de Materiais como requisito parcial à ob-
tenção do título de DOUTOR EM CIÊNCIA
E ENGENHARIA DE MATERIAIS

Orientador: Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto

Agência Financiadora: CAPES

São Carlos - SP

2019

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à minha companheira Talita.

VITAE DO CANDIDATO

Engenheiro de Materiais (2011) e Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais (2015) pela Universidade Federal de São Carlos.

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SÃO CARLOS**

Centro de Ciências Exatas e de Tecnologia
Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais

Folha de Aprovação

Assinaturas dos membros da comissão examinadora que avaliou e aprovou a Defesa de Tese de Doutorado do candidato Filipe Oliveira Rocco, realizada em 27/06/2019:

Prof. Dr. Rodrigo Bresciani Canto
UFSCar

Prof. Dr. Anselmo Ortega Boschi
UFSCar

Profa. Dra. Mariana de Oliveira Carlos Villas Bôas
ASSER

Prof. Dr. Ricardo Afonso Angélico
USP

Prof. Dr. Rodrigo Ribeiro Paccola
USP

AGRADECIMENTOS

Agradeço ao orientador pelas instruções precisas, pelo suporte e por indicarem os caminhos a seguir durante toda a elaboração deste trabalho. Agradeço aos colegas de laboratório Antonio Lourenço Batista de Souza, Otávio Contart Gamboni, Vinicius Fiocco Sciuti, Caiuã Caldeira Melo, Fernanda Silveira Montilha, Bruno Luchini e Rafael Vargas pelo auxílio na condução do trabalho e pelos bons momentos de convivência diária. Agradeço aos técnicos e funcionários do departamento de engenharia de materiais da UFSCar, sempre competentes e prestativos.

Agradeço especialmente à minha família: José Carlos, Deusa Maria e Lucas; pelo suporte, paciência e amor. Pelo companheirismo, carinho, amor e cumplicidade, agradeço à Talita Marques Mendes.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

RESUMO

A prensagem seguida de sinterização figura entre as rotas mais versáteis de processamento de materiais, podendo ser aplicada às diferentes classes de materiais: cerâmicos, poliméricos e metálicos. Na última década, esta rota de processamento vem ganhando destaque no cenário industrial. A prensagem é uma etapa crítica no processo, pois qualquer não homogeneidade introduzida durante esta etapa irá afetar negativamente as propriedades mecânicas do componente final (sinterizado). Neste contexto, a simulação computacional do processo de prensagem constitui-se em uma ferramenta importante para o estudo e otimização de seus principais parâmetros. Principalmente, o método permite a visualização e otimização do processo de prensagem antes que se faça qualquer investimento em projetos de ferramentais e em testes experimentais. Para que os resultados obtidos pelo método dos elementos finitos sejam confiáveis, deve-se, primeiro, adotar um modelo de material adequado para a compactação mecânica do pó e, segundo, deve-se seguir uma metodologia consistente de calibração deste modelo, a fim de determinar seus parâmetros com precisão e coerência. O presente trabalho propôs o estudo do processo de prensagem a frio de um pó cerâmico. Para isso, foi utilizado o modelo de material Drucker-Prager/*Cap* disponível no *software* de elementos finitos comercial AbaqusTM. Sendo o objetivo principal deste projeto a elaboração de um procedimento experimental para identificação dos parâmetros do modelo constitutivo de forma confiável. Os parâmetros do modelo foram identificados por meio de metodologia experimental, combinando resultados obtidos via diferentes ensaios mecânicos e levando em consideração a fenomenologia de compactação dos materiais particulados.

Palavras-chave: Prensagem uniaxial; Compactação de pós; Alumina atomizada; Drucker-Prager/*Cap*

ABSTRACT

IDENTIFICATION OF DRUCKER-PRAGER/CAP MODEL PARAMETERS FOR THE STUDY OF MECHANICAL DENSIFICATION OF ATOMIZED ALUMINA

Pressing followed by sintering is among the most versatile materials processing routes and suits different classes of materials: ceramic, polymeric and metallic. In the last decade, this processing route has been gaining prominence in the industrial scenario. Pressing is a critical step in the process, as any non-homogeneity introduced during this step is able to adversely affect the mechanical properties of the final (sintered) component. Thereby, the computational simulation of the pressing process is an important tool for the study and optimization of its main parameters. Mainly, the method allows the visualization and optimization of the pressing process before any investment is made in tooling projects and experimental tests. In order to obtain reliable results aided by the finite element method, it is necessary to first adopt a suitable material model for the mechanical compaction of the powder and, secondly, to follow a consistent calibration methodology of this model in order to determine its parameters with precision and consistency. The present work proposed the study of the process of cold pressing of alumina. For this purpose, the Drucker-Prager/*Cap* model implemented in AbaqusTM, a commercial finite element software, was used. The main objective of this project is the formulation of an experimental procedure to reliably calibrate the parameters of the constitutive model. The parameters of the model were calibrated by means of an experimental methodology, combining results obtained through different mechanical tests and taking into account the phenomenology of compaction of the particulate materials.

Key words: Closed die pressing; Powder compaction; Alumina; Drucker-Prager/*Cap*

PUBLICAÇÕES ORIGINADAS DESTA TESE

Melo, C. C.; Moraes, A. L. I.; Rocco, F. O.; Montilha, F. S.; Canto, R. B. A validation procedure for numerical models of ceramic powder pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 38, n. 8, p. 2928-2936, 2018.

Montilha, F. S.; Rocco, F. O.; Melo, C. C.; Sciuti, V. F.; Canto, R. B. Identification of dilatancy in green compacted ceramic powder via digital image correlation. *Powder Technology*, v. 330, p. 471-476, 2018.

ÍNDICE DE ASSUNTOS

FOLHA DE APROVAÇÃO	i
AGRADECIMENTOS	iii
RESUMO	v
ABSTRACT	vii
PUBLICAÇÕES	ix
ÍNDICE DE ASSUNTOS	xi
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE TABELAS	xiii
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
ÍNDICE DE FIGURAS	xv
SÍMBOLOS E ABREVIACÕES	xxi
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO DA LITERATURA	3
2.1 Síntese de conceitos fundamentais relacionados ao trabalho	3
2.2 Revisão bibliográfica	16
3 MATERIAIS E MÉTODOS	31
3.1 Materiais	31
3.2 Métodos	31
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	45
4.1 Fabricação dos CDPs	45
4.2 Lei de encruamento	46
4.3 Ensaio mecânicos	47
4.3.1 Ensaio de compressão simples - CS	48
4.3.2 Ensaio de compressão diametral - BR	58
4.3.3 Identificação dos parâmetros da superfície F_s do modelo DPC	65
4.3.4 Avaliação dos parâmetros obtidos experimentalmente	68

5	CONCLUSÕES	71
6	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS	73
7	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	75
	APÊNDICE A	81
	APÊNDICE B	91

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 2.1	Parâmetros para calibração do modelo de Drucker-Prager/ <i>Cap.</i>	12
Tabela 2.2	Principais parâmetros do modelo DPC e coeficiente de atrito entre pó de alumina e paredes internas da matriz rígida (aço) obtidos da literatura [39].	20
Tabela 4.1	Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão simples (CS).	45
Tabela 4.2	Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão diametral (BR).	45
Tabela 4.3	Valores de E identificados pela aplicação da técnica de excitação por impulso.	56
Tabela 4.4	Parâmetros elasto-plásticos determinados por meio dos ensaios de compressão simples (CS).	57
Tabela 4.5	Valores da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância (q_{cs}^{esc}).	58
Tabela 4.6	Valores da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância (q_{br}^{esc}).	65
Tabela 4.7	Valores de q^{esc} e p para cada nível de pressão de compactação.	65
Tabela 4.8	Valores de β e d identificados segundo o critério de escoamento (dilatância) a partir de ensaios de CS e BR.	66
Tabela 4.9	Valores de β e d identificados segundo o critério de escoamento (dilatância) a partir de ensaios de CS e BR.	68
Tabela 4.10	Parâmetros elásticos calibrados por Montilha et al. [58] e principais parâmetros do modelo DPC calibrados por Melo et al. [39] via análise inversa.	69

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1	Representação esquemática dos estágios presentes na fenomenologia de compactação de materiais particulados [1] (adaptado).	4
Figura 2.2	Modelo DPC implementado no Abaqus TM [8].	9
Figura 2.3	Superfícies de potencial de fluxo do modelo DPC implementado no Abaqus TM [8].	11
Figura 2.4	Representação esquemática do processo de prensagem em matriz rígida, mostrando: a curva força-deslocamento e o trajeto de carregamento típicos desta modalidade de ensaio mecânico.	13
Figura 2.5	Representação esquemática dos eixos adotados para análise de CID de um ensaio mecânico e representação das partes essenciais para compreensão da técnica: pixels, nós e elementos.	14
Figura 3.1	Imagem do pó cerâmico estudado obtida com auxílio de um estereomicroscópio Zeiss Stemi 2000-C.	31
Figura 3.2	Metodologia para fabricação de CDPs para realização de ensaios de compressão simples (CS) e diametral (BR).	33
Figura 3.3	Procedimento para identificação dos parâmetros elásticos: (a) curva ε_{11} vs. t ; (b) identificação do ν a partir da inclinação da curva ε_{22} vs. ε_{11} ; (c) curva σ_{11} vs. t e (d) identificação do E a partir da inclinação da curva σ_{11} vs. ε_{11} . Extraído da dissertação de mestrado de Montilha [60].	36
Figura 3.4	Procedimento para identificação de ε_{dev}^{esc} e de q^{esc} para definir o início do escoamento plástico por cisalhamento (associado ao fenômeno da dilatância). Extraído da dissertação de mestrado de Montilha [60].	38

Figura 3.5	Representação esquemática do modelo DPC e dos ensaios mecânicos que serão utilizados neste trabalho para calibração dos parâmetros do modelo.	38
Figura 3.6	Trajetos de carregamento dos ensaios CS e do BR no plano meridional (p vs. q).	39
Figura 3.7	Campo de tensões no plano de carregamento do ensaio brasileiro para a condição de estado plano de tensões: solução analítica (extraída da dissertação de mestrado de Rocco [7]). . . .	40
Figura 3.8	Etapas do ensaio de validação: (a) Prensagem isostática, (b) Prensagem isostática e (c) Medição da geometria do corpo de prova [39].	42
Figura 3.9	Modelo numérico da simulação computacional do procedimento de validação: (a) prensagem uniaxial, (b) ejeção e (c) prensagem isostática. Extraído de Melo et al. [39].	43
Figura 4.1	Curva de densificação do material: densidade aparente vs. pressão isostática aplicada.	46
Figura 4.2	Curva de encruamento: parâmetro de entrada requerido pelo modelo DPC implementado no <i>software</i> Abaqus TM	47
Figura 4.3	Registro fotográfico do CDP utilizado para realização do ensaio de compressão simples discutido nesta Seção, destacam-se: região utilizada para as análise via CID, pintura apropriada para aplicação da técnica de CID e a correção da geometria do CDP com auxílio de resina epóxi.	48
Figura 4.4	Registro fotográfico do ensaio de compressão simples realizado com o auxílio de duas câmeras fotográficas para aplicação da técnica de CID.	49
Figura 4.5	Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo.	50
Figura 4.6	Ensaio de compressão simples cíclico: (a) tensão vs. deformação e (b) deformações vs. tempo.	51

Figura 4.7	Curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão simples realizados nas demais pressões de compactação estudadas.	51
Figura 4.8	Campos de deslocamentos e deformações obtidos por meio da aplicação da técnica de CID em um ensaio de compressão simples: (a) deslocamento vertical (U_1); (b) deslocamento horizontal (U_2); e (c) deformação vertical (ε_{11}).	53
Figura 4.9	Fenômeno da dilatância observado com auxílio da técnica de CID: (a) ε_{vol} vs. ε_{dev} ; (b) e (c) campo das deformações máximas principais mostrando a nucleação e evolução de vazios e trincas (dilatância).	54
Figura 4.10	Módulo Elástico em função da pressão de compactação obtidos via excitação por impulso e ensaio de compressão simples.	57
Figura 4.11	Registro fotográfico do ensaio de compressão diametral realizado com o auxílio de duas câmeras fotográficas para aplicação da técnica de CID.	58
Figura 4.12	Fotografia do CDP ajustado as placas da máquina de ensaio para realização dos ensaios brasileiros [59].	59
Figura 4.13	Ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com $p = 40$ MPa (br-40-01): (a) deslocamento do atuador e força vs. tempo de ensaio; (b) tensão longitudinal vs. deformação longitudinal; (c) deformações vs. tempo.	61
Figura 4.14	Curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão diametral realizados nas demais pressões de compactação estudadas.	62
Figura 4.15	Campos obtidos pela técnica de CID (imagem 05) em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 40 MPa (CDP br-40-01) e submetido a uma força de ≈ 110 N: (a) deslocamentos na direção vertical (U_{11}); (b) deslocamentos na direção horizontal (U_{22}); (c) deformação na direção vertical (ε_{11}) e (d) deformação na direção horizontal (ε_{22}).	63

Figura 4.16 Campos obtidos pela técnica de CID (imagem 25) em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 40 MPa (CDP br-40-01) e submetido a uma força de \approx - 415 N: (a) deslocamentos na direção vertical (U_{11}); (b) deslocamentos na direção horizontal (U_{22}); (c) deformação na direção vertical (ε_{11}) e (d) deformação na direção horizontal (ε_{22}).	64
Figura 4.17 (a) Evolução da coesão (d) com o aumento da pressão de compactação; (b) Evolução do ângulo de atrito interno (β) com o aumento da pressão de compactação e (c) Evolução da superfície (F_s) com o aumento da pressão de compactação.	67
Figura 1 CDP cs-20-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	82
Figura 2 CDP cs-20-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	83
Figura 3 CDP cs-40-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	84
Figura 4 CDP cs-40-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	85
Figura 5 CDP cs-100-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	86
Figura 6 CDP cs-100-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	87

Figura 7	CDP ccs-100-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	88
Figura 8	CDP ccs-100-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	89
Figura 9	CDP br-20-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	92
Figura 10	CDP br-20-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	93
Figura 11	CDP br-100-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	94
Figura 12	CDP br-100-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.	95

SÍMBOLOS E ABREVIACÕES

Abreviações

ASTM - American Society for Testing and Materials

BR - Refere-se aos ensaios brasileiros ou de compressão diametral

CDP - Corpo de prova

CID - Correlação de Imagens Digitais

CS - Refere-se aos ensaios de compressão simples ou uniaxial

DPC Drucker-Prager/*Cap*

LED *Light Emitting Diode*

MEF - Método dos Elementos Finitos

Símbolos

d - Coesão do material

E - Módulo de Young ou módulo elástico

F_{br} - Força aplicada no CDP do ensaio de compressão diametral

F_c - Superfície *Cap*

F_{cs} - Módulo da força aplicada no ensaio de compressão simples

F_s - Superfície de Drucker-Prager

F_t - Superfície de transição

K - Flow stress ratio

p - Tensão normal média

p_a - Parâmetro de evolução do encruamento

p_b - Tensão isostática aplicada

q - Tensão de von Mises

q^{esc} - Tensão de von Mises de escoamento

R - Parâmetro de forma da superfície *Cap*

α - Parâmetro da evolução da plasticidade do material

β - Ângulo de atrito interno

γ_{12} componente do tensor de deformações referente à deformação em cisalhamento

$\varepsilon_{11}, \varepsilon_{22}, \varepsilon_{33}$ - Deformações normais nas direções 1, 2 e 3

ε_1 - Deformação máxima principal

ε_{dev} - Deformação desviadora

ε_{vol} - Deformação volumétrica

ε_{vol}^p - Deformação plástica volumétrica

ε_{ij}^d - Tensor desviador das deformações

ε_{ij}^e - Componente do tensor de deformação elástica

ε_{ij}^p - Componente do tensor de deformação plástica

θ_{br} - Ângulo do trajeto de carregamento do ensaio de compressão diametral no plano q vs. p

θ_{cs} - Ângulo do trajeto de carregamento do ensaio de compressão simples no plano q vs. p

ν - Coeficiente de Poisson

$\sigma_{11}, \sigma_{22}, \sigma_{33}, \tau_{12}, \tau_{13}, \tau_{23}$ - Componentes do tensor de tensões

$\sigma_1, \sigma_2, \sigma_3$ - Tensões principais

σ_{br} - Tensão calculada no ensaio brasileiro na região central do CDP

σ_c - Tensão calculada no ensaio de compressão simples

ρ_n - Densidade do compacto verde

ρ_o - Densidade aparente (pó solto)

ρ_{rel} - Densidade relativa do compacto verde

1 INTRODUÇÃO

A prensagem seguida de sinterização figura entre as rotas de processamento de materiais mais versáteis, podendo ser aplicada às diferentes classes de materiais: cerâmicos, poliméricos e metálicos. Na última década, esta rota de processamento vem ganhando destaque no cenário industrial, principalmente, por ser mais econômica e menos agressiva ao meio ambiente em relação às outras rotas de processamento de materiais. A prensagem é uma etapa crítica no processo, pois qualquer não homogeneidade introduzida durante esta etapa irá afetar negativamente as propriedades mecânicas do componente final (sinterizado). Durante a prensagem, o material em pó é compactado mecanicamente, dando origem ao compactado verde.

Neste contexto, a simulação computacional do processo de prensagem constitui-se em uma ferramenta importante para o estudo e otimização de seus principais parâmetros, como: (i) a distribuição da densidade aparente (ou da porosidade) em cada elemento de volume do produto que, por sua vez, será responsável por eventuais retrações, geralmente não-homogêneas, durante a sinterização; (ii) a geometria e as solicitações no ferramental de prensagem; e (iii) os esforços necessários para a aplicação do carregamento pelas prensas. Principalmente, o método permite a visualização e otimização do processo de prensagem antes que se faça qualquer investimento em projetos de ferramentais e em testes experimentais (geralmente de tentativa e erro). Para que os resultados obtidos pelo MEF (método dos elementos finitos) sejam confiáveis, deve-se, primeiro, adotar um modelo de material adequado para a compactação mecânica do pó e, segundo, deve-se seguir uma metodologia consistente de calibração deste modelo, a fim de determinar seus parâmetros com precisão e coerência.

O presente trabalho propõe o estudo do processo de prensagem a frio de alumina. Para isso, será utilizado o modelo de material Drucker-Prager/*Cap* (DPC) disponível no *software* de elementos finitos comercial AbaqusTM. Os parâmetros do modelo foram identificados por meio de uma metodologia experimental, combinando resultados obtidos via diferentes ensaios mecânicos e levando em consideração a fenomenologia de compactação dos materiais particulados.

O objetivo principal deste projeto foi a elaboração de um procedimento expe-

rimental para identificação dos parâmetros do modelo constitutivo DPC de forma confiável. Para isso, é essencial a compreensão do comportamento mecânico dos materiais particulados e da fenomenologia que rege a plasticidade destes materiais em diferentes níveis de densidade relativa (ρ_{rel}). Neste projeto, o estudo das propriedades mecânicas do material foi realizado por meio de ensaios mecânicos convencionais (compressão simples e diametral) auxiliados pela técnica de correlação de imagens digitais (CID).

Este trabalho explorou a fundo os fenômenos que regem a transição elasto-plástica dos materiais particulados quando submetidos a carregamento mecânicos externos. Temática pouco explorada pela literatura, porém essencial para a correta determinação das tensões limite dos diferentes ensaios mecânicos e conseqüentemente da calibração precisa de um modelo constitutivo capaz de representar o comportamento mecânico de um material em pó durante o seu processo de prensagem a frio.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Síntese de conceitos fundamentais relacionados ao trabalho

Nesta seção serão apresentados alguns conceitos fundamentais para compreensão e desenvolvimento do trabalho, em suma: (i) fenomenologia da compactação de pós; (ii) mecânica dos sólidos; (iii) modelo constitutivo de Drucker-Prager/Cap; (iv) análise mecânica da prensagem em matriz rígida; e (v) correlação de imagens digitais.

Fenomenologia da compactação de pós na prensagem uniaxial em matriz rígida

A prensagem uniaxial em matriz rígida é uma etapa da rota de processamento chamada metalurgia do pó, sendo crítica para a qualidade e homogeneidade estrutural das peças ao final do processo de fabricação. É desejável alta densidade relativa (ρ_{rel}) do compacto verde - quociente entre densidade do compacto verde e nível de densificação máxima do material ¹ - favorecendo a sinterização. Além disso, o compacto verde deve ser o mais homogêneo possível em termos de densidade em todo seu volume para que não haja contração diferencial (empenamento) durante a sinterização. Do ponto de vista macroscópico ou fenomenológico, o processo de prensagem em matriz rígida é ilustrado esquematicamente na Figura 2.1.

No início do processo de prensagem, a taxa de densificação do material em pó em função da carga aplicada é alta, diminuindo ao longo do processo devido ao encruamento macroscópico ² do material em pó [2]. No estágio inicial da compactação, a densificação do material é equivalente ao grau de compactação obtido por meio de um processo de vibração, isto é, o mecanismo de compactação preponderante é o rearranjo espacial das partículas, regido principalmente pelo nível de tensão desviadora (ou cisalhante).

Nos próximos estágios da compactação, a densificação se dá por meio da

¹Nível de densidade teórico, atingido quando o compacto verde não apresenta vazios.

²Neste trabalho, o termo encruamento macroscópico se refere à ocorrência de deformações plásticas (permanentes) no meio contínuo homogeneizado (partículas, aditivos, ar intersticial).

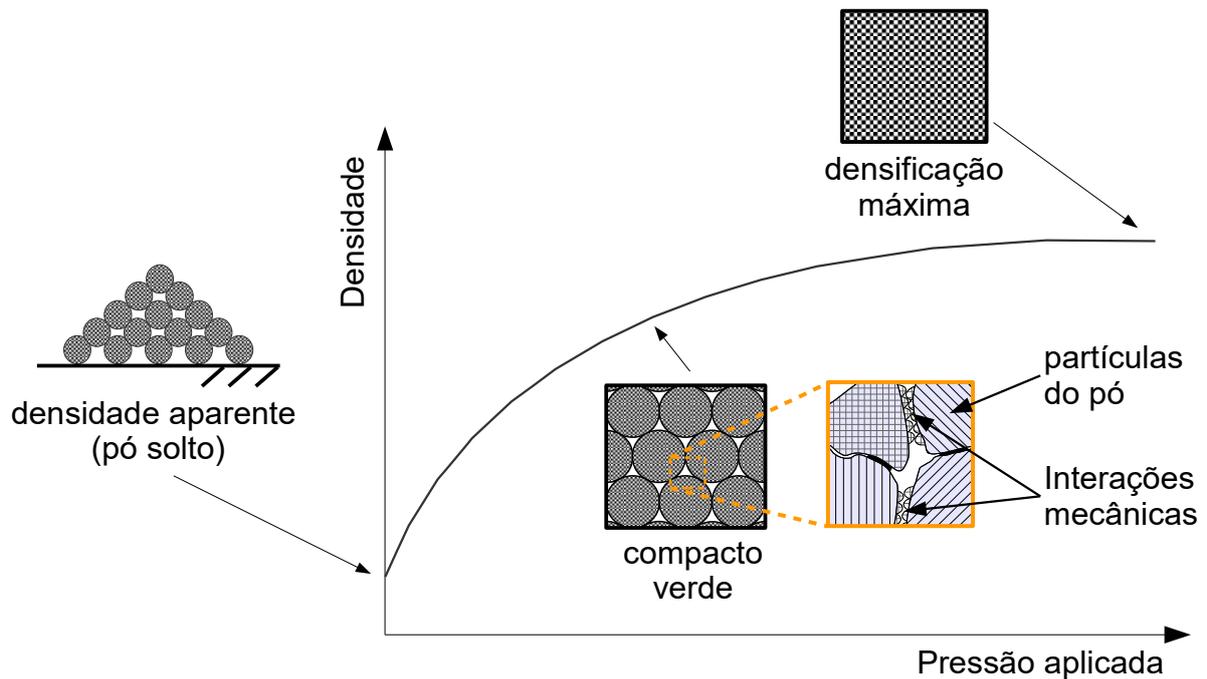


Figura 2.1 Representação esquemática dos estágios presentes na fenomenologia de compactação de materiais particulados [1] (adaptado).

intensificação do contato interparticular e consequente diminuição de vazios - mecanismo regido principalmente pelo nível de tensão normal média aplicado e chamado de consolidação. O atrito entre as partículas do pó, e também entre elas e a superfície do molde, impedem que a pressão seja integralmente transmitida e de forma uniforme a todas as regiões da peça, o que provoca a existência de gradientes de densidade nos corpos conformados [3]. Mecanicamente, o descarregamento impõe uma mudança no estado de tensões aplicado ao material, intensificando tensões de natureza cisalhante que podem causar desempacotamento das partículas - fenômeno conhecido como dilatância no material compactado. Assim, a etapa de descarregamento é crítica em processos industriais, podendo causar dano e, eventualmente, macro-trincas no compacto verde [4].

O termo dilatância foi descrito cientificamente pela primeira vez por Reynolds, em 1885 [5]. Neste estudo, o autor aborda o tema de maneira fenomenológica e credita o comportamento mecânico não convencional dos materiais particulados às interações interparticulares, as quais diminuiriam o grau de liberdade das partículas e dificultariam o movimento relativo das mesmas com a aplicação de

carregamentos mecânicos externos - sendo que as interações interparticulares são função do grau de compactação do material. Portanto, para materiais particulados compactados, o movimento relativo entre suas partículas só se torna possível a partir de um nível crítico de tensão de cisalhamento, capaz de vencer a coesão interparticular. Neste estágio, o movimento relativo entre as partículas resulta em desempacotamento das mesmas e, globalmente, causa expansão do material. Por outro lado, o cisalhamento em materiais particulados não compactados (pó solto) pode levar à compactação do mesmo.

Mecânica dos sólidos: breve introdução

Os materiais granulares, também denominados materiais particulados ou pós, podem ser considerados como meios contínuos, formados por partículas do pó e seus vazios, uma vez que, em situações industriais, as dimensões dos compactados são muito maiores do que as dimensões das partículas do pó e dos poros. Assim, as teorias da elasticidade e da plasticidade no contínuo podem ser aplicadas à esta classe de materiais.

Quando as deformações se dão por mecanismos reversíveis, o comportamento mecânico dos materiais é descrito pela teoria da elasticidade. No caso da elasticidade linear e considerando meios contínuos, homogêneos e isotrópicos, apenas dois parâmetros - módulo elástico (E) e coeficiente de Poisson (ν) - são suficientes para definir o comportamento elástico do material. Os materiais porosos, no entanto, apresentam, em geral, comportamento não-linear e dependente do nível de porosidade (ou densidade relativa), chamado de poroelasticidade.

No processo de prensagem em matrizes rígidas as etapas de descarregamento e desmoldagem são conduzidas mecanicamente com predominância da elasticidade. Já durante a etapa de carregamento, a densificação do pó ocorre por plasticidade, por meio de mecanismos irreversíveis. Nos casos em que há deformações permanentes, a teoria da elasticidade é incapaz de descrever o comportamento mecânico dos materiais, adiciona-se, então, a teoria da plasticidade [6].

Para simulação do comportamento mecânico de materiais cerâmicos usual-

mente utiliza-se um modelo constitutivo do tipo elasto-plástico, que é definido em função de invariantes do tensor de tensões, possibilitando que o estado de tensões em um ponto de referência seja representado independentemente da orientação do sistema de coordenadas inicialmente adotado. O tensor de tensões pode representado por uma matriz simétrica (Equação 2.1):

$$[\sigma_{ij}] = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad (2.1)$$

sendo os índices 1, 2 e 3 referentes a um sistema de eixos coordenados ortogonais entre si. As tensões indicadas por σ_{11} , σ_{22} e σ_{33} são denominadas tensões normais e as componentes τ_{12} , τ_{23} e τ_{13} são designadas como tensões tangenciais ou cisalhantes.

Um tensor de tensões qualquer pode ser dividido em duas componentes: uma componente esférica, que é puramente hidrostática, e outra componente anti-esférica, conhecida como componente desviadora ou cisalhante (Equação 2.2)

$$\begin{bmatrix} \sigma_{11} & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} -p & 0 & 0 \\ 0 & -p & 0 \\ 0 & 0 & -p \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \sigma_{11} + p & \tau_{12} & \tau_{13} \\ \tau_{12} & \sigma_{22} + p & \tau_{23} \\ \tau_{13} & \tau_{23} & \sigma_{33} + p \end{bmatrix} \quad (2.2)$$

sendo p a tensão normal média, definida por:

$$p = -\frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} = -\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} \quad (2.3)$$

em que σ_1 , σ_2 e σ_3 são as tensões principais.

Em estudos de uma área da mecânica dos sólidos, a mecânica dos solos, e em problemas de prensagem de pós é convencional o uso do sinal negativo na definição de p , fazendo com que seu valor seja positivo quando o material é submetido a tensões compressivas.

A tensão de von Mises, q , amplamente utilizada para definir o critério de es-

coamento em materiais metálicos, representa uma medida das tensões desviadoras (ou cisalhantes) e pode ser escrita na forma:

$$q = \sqrt{\frac{1}{2} [(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_1 - \sigma_3)^2]} \quad (2.4)$$

Analogamente ao tensor de tensões, o tensor das deformações pode ser definido. Para compreensão deste trabalho são definidos dois invariantes do tensor de deformações, a deformação volumétrica:

$$\varepsilon_{vol} = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} \quad (2.5)$$

sendo ε_{11} , ε_{22} , e ε_{33} as deformações normais nas direções 1, 2 e 3. E a deformação desviadora, ε_{dev} :

$$\varepsilon_{dev} = \sqrt{\frac{2}{3} (\varepsilon_{ij}^d : \varepsilon_{ij}^d)} \quad (2.6)$$

sendo ε_{ij}^d o tensor desviador das deformações.

Para o caso particular de um estado plano de tensões, o tensor desviador de deformação é dado pela Equação 2.7

$$\varepsilon_{ij}^d = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & \gamma_{12} & 0 \\ \gamma_{12} & \varepsilon_{22} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{33} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} \end{bmatrix} \quad (2.7)$$

sendo γ_{12} a deformação por cisalhamento. Para este caso, a deformação desviadora é definida pela Equação 2.8

$$\varepsilon_{dev} = \frac{2}{3} \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 + \varepsilon_{33}^2 - (\varepsilon_{11}\varepsilon_{22} + \varepsilon_{11}\varepsilon_{33} + \varepsilon_{22}\varepsilon_{33}) + 3\gamma_{12}^2} \quad (2.8)$$

Para o caso particular de um estado plano de deformações (com $\varepsilon_{33} = 0$), o

tensor desviador de deformação é dado pela Equação 2.9

$$\varepsilon_{ij}^d = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & \gamma_{12} & 0 \\ \gamma_{12} & \varepsilon_{22} - \frac{\varepsilon_{vol}}{3} & 0 \\ 0 & 0 & -\frac{\varepsilon_{vol}}{3} \end{bmatrix} \quad (2.9)$$

Para este caso, a deformação desviadora é definida pela Equação 2.10

$$\varepsilon_{dev} = \frac{2}{3} \sqrt{\varepsilon_{11}^2 + \varepsilon_{22}^2 - \varepsilon_{11}\varepsilon_{22} + 3\gamma_{12}^2} \quad (2.10)$$

Modelo constitutivo de Drucker-Prager/Cap - DPC

O uso de modelos constitutivos para modelagem computacional do comportamento mecânico de materiais implica na utilização da mecânica dos meios contínuos. Para o caso de materiais particulados, considera-se que as partículas do pó, os aditivos e o ar intersticial formam um meio contínuo [7]. Apesar da descontinuidade dos materiais particulados (pós) no nível das partículas, quando analisados em escalas dimensionais maiores, como em compactados verdes industriais, a hipótese de meio contínuo torna-se válida. Os modelos baseados na mecânica do contínuo reproduzem o comportamento mecânicos do material de maneira fenomenológica.

Um modelo constitutivo consiste de três partes principais: critério de escoamento, potencial de fluxo e lei de encruamento. Neste trabalho, o modelo de DPC é estudado conforme as definições fornecidas pelo manual do *software* de elementos finitos comercial AbaqusTM [8].

No modelo de DPC, o critério de escoamento é definido por duas superfícies principais no plano p vs. q (plano meridional): superfície de Drucker-Prager ou de cisalhamento (F_s) e superfície *Cap*, conforme ilustrado na Figura 2.2.

A superfície F_s é representada por uma reta no plano meridional e caracteriza o nível de cisalhamento (q), em função da tensão normal média aplicada, necessário para superar a coesão interparticular e desempacotar permanentemente as partículas do compacto verde (dilatância) - resultando em deformações permanentes ou plásticas. A superfície F_s é representada por uma reta no plano p

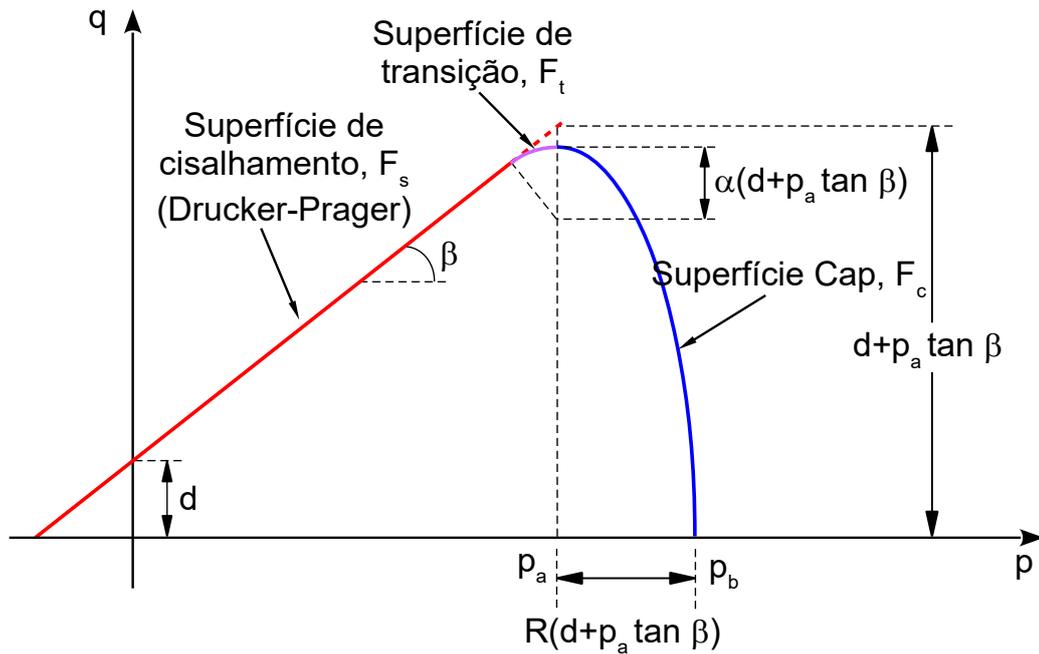


Figura 2.2 Modelo DPC implementado no AbaqusTM [8].

vs. q conforme a Equação 2.11.

$$F_s = q - p \tan(\beta) - d = 0 \quad (2.11)$$

sendo d a coesão do material e β o ângulo de atrito interno - constantes dependentes do material e do nível de densidade relativa do compacto verde.

A superfície *Cap* caracteriza a densificação mecânica (ou encruamento) do material, controlando a deformação plástica volumétrica do material em função da tensão normal média aplicada. A superfície F_c é modelada como uma elipse no plano p vs. q conforme a Equação 2.12.

$$F_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[\frac{Rq}{1 + \alpha - \frac{\alpha}{\cos(\beta)}} \right]^2} - R(d + p_a \tan(\beta)) = 0 \quad (2.12)$$

sendo R um parâmetro do material que controla o formato da elipse e definido como o quociente entre o eixo maior e eixo menor da elipse, p_a é um parâmetro que representa a evolução da pressão aplicada ao material (Equação 2.13) e α é uma constante que assegura uma transição suave entre F_s e F_c . Como critério de escoamento, F_c pode ser interpretada como um conjunto contínuo de elipses,

em que cada uma delas representando um nível específico de densidade relativa do material [9].

$$p_a = \frac{p_b - Rd}{1 + R \tan(\beta)} \quad (2.13)$$

Para que a transição entre F_s e F_c seja suave, é introduzida uma região de transição entre as superfícies de cisalhamento e Cap utilizando o parâmetro α . Esta superfície de transição, F_t , é definida conforme a Equação 2.14 e tem o formato de uma circunferência no plano p vs. q .

$$F_t = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[q - \left(1 - \frac{\alpha}{\cos(\beta)} \right) (d + p_a \tan(\beta)) \right]^2} - \alpha (d + p_a \tan(\beta)) = 0 \quad (2.14)$$

esta transição suave entre as superfícies de escoamento (F_s e F_c) faz-se necessária para evitar erros numéricos durante as simulações computacionais.

O critério de escoamento define a região de transição elasto-plástica do modelo constitutivo, acima do qual a evolução da deformação plástica é definida pelo potencial de fluxo e pela lei de encruamento. O potencial de fluxo determina a direção da deformação plástica. Conforme implementado no AbaqusTM, o modelo de DPC conta com potenciais de fluxo distintos para as superfícies F_s e F_c , respectivamente, G_s e G_c . A superfície F_s conta com potencial de fluxo não associativo ($F_s \neq G_s$) definido pela Equação 2.15.

$$G_s = \sqrt{[(p - p_a) \tan(\beta)]^2 + \left[\frac{q}{1 + \alpha - \frac{\alpha}{\cos(\beta)}} \right]^2} \quad (2.15)$$

A superfície F_c foi implementada com potencial de fluxo associativo ($F_c = G_c$) definido pela Equação 2.16.

$$G_c = \sqrt{(p - p_a)^2 + \left[\frac{Rq}{1 + \alpha - \frac{\alpha}{\cos(\beta)}} \right]^2} \quad (2.16)$$

os potenciais de fluxo (G_s e G_c) podem ser representados no plano p vs. q e são mostrados na Figura 2.3.

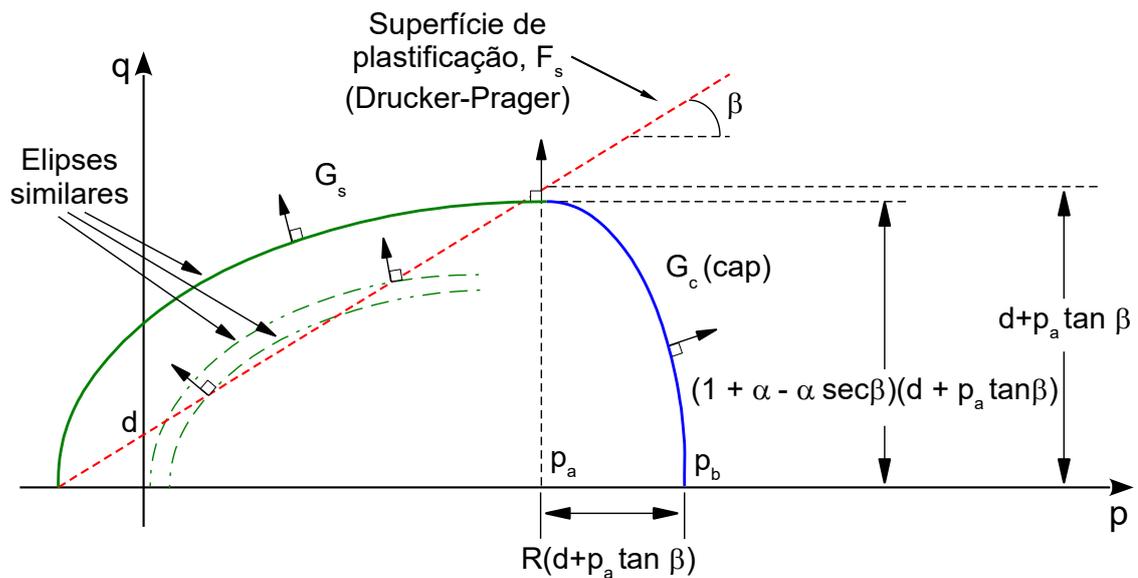


Figura 2.3 Superfícies de potencial de fluxo do modelo DPC implementado no AbaqusTM [8].

As superfícies de escoamento e os potenciais de fluxo são únicos para cada nível de densidade relativa do compacto verde. Portanto, a definição completa do comportamento mecânico do material é descrita por uma família de superfícies de escoamento e potenciais de fluxo. A lei de encruamento implementada neste modelo é definida em termos da variação de deformação plástica volumétrica (ε_{vol}^p) nos termos da Equação 4.1.

$$\varepsilon_{vol}^p = \ln\left(\frac{\rho}{\rho_0}\right) \quad (2.17)$$

em que ρ_0 e ρ são a densidade aparente e a densidade instantânea do material, respectivamente.

Para que o modelo de Drucker-Prager/Cap esteja completamente definido, são necessários os 8 parâmetros mostrados na Tabela 2.1 e a lei de encruamento, que serão discutidos com mais detalhes no Capítulo 3.

Os parâmetros mais relevantes para o modelo são os cinco primeiros mostrados na Tabela 2.1 e a lei de encruamento (última linha). Sobre os demais parâmetros:

- O parâmetro α , responsável pela transição suave entre as superfícies F_s e

Tabela 2.1 Parâmetros para calibração do modelo de Drucker-Prager/*Cap*.

E	Módulo de elasticidade
ν	Coeficiente de Poisson
d	Coesão
β	Atrito interno entre as partículas do pó
R	Parâmetro de forma das superfícies <i>cap</i> e F_t
$\varepsilon_{vol}^p _0$	Estado inicial de deformação volumétrica do material
K	Parâmetro de forma do cone da superfície de Drucker-Prager
α	Parâmetro de forma da superfície de transição
p_b vs. ε_{vol}^p	Lei de encruamento da superfície <i>cap</i>

F_c , é necessário para a implementação numérica do modelo, mas não há necessidade de identificá-lo experimentalmente [8];

- O parâmetro $\varepsilon_{vol}^p|_0$ representa o nível de deformação plástica inicial do material ou a pressão necessária para iniciar a deformação plástica do particulado (para o pó solto utilizam-se valores próximos de zero);
- O parâmetro K é geralmente considerado como igual a 1, sendo responsável pelo formato da seção transversal da superfície de Drucker-Prager no espaço das tensões principais.

Análise mecânica da prensagem em matriz rígida

Na Figura 2.4 analisa-se mecanicamente o processo de prensagem a frio de pós em matriz rígida (trajeto oedométrico). Didaticamente, o processo foi dividido em quatro trechos: AB, BC, CD e DE (E'). No primeiro trecho, AB, nota-se que, inicialmente, o trajeto de carregamento oedométrico confunde-se com o trajeto resultante de um ensaio de compressão simples (θ_{uc}), isto se deve à baixa coesão entre as partículas do material e ao mecanismo de densificação dominante nos estágios iniciais de compactação mecânica, rearranjo de partículas - conforme discutido anteriormente. Com a evolução do carregamento, ilustrado no trecho BC, e conseqüente aumento da tensão normal média, o material densifica por meio do mecanismo de consolidação - fechamento de vazios e intensificação das interações interparticulares - no modelo DPC esse comportamento é

representado pelo encruamento da superfície F_c .

O descarregamento compreende os trechos CD e DE (E'). Ao iniciar o descarregamento, o estado de tensões adentra, imediatamente, o domínio elástico (delimitado pelas superfícies de escoamento). O descarregamento segue o trajeto BC até que a tensão axial (aplicada pelo punção) se iguale à tensão radial (reação nas paredes da matriz), que ocorre no ponto D - estado de tensões hidrostático. O fato da tensão radial superar a axial induz aumento no cisalhamento aplicado ao compacto, de acordo com o trecho DE (E'). Eventualmente, dependendo das propriedades do material, estas tensões cisalhantes induzidas durante o descarregamento podem atingir um nível crítico (E'), tocando a superfície de falha por cisalhamento (F_s), neste ponto o cisalhamento é suficientemente alto para vencer a coesão entre as partículas, provocando o desempacotamento das mesmas - fenômeno conhecido como dilatância.

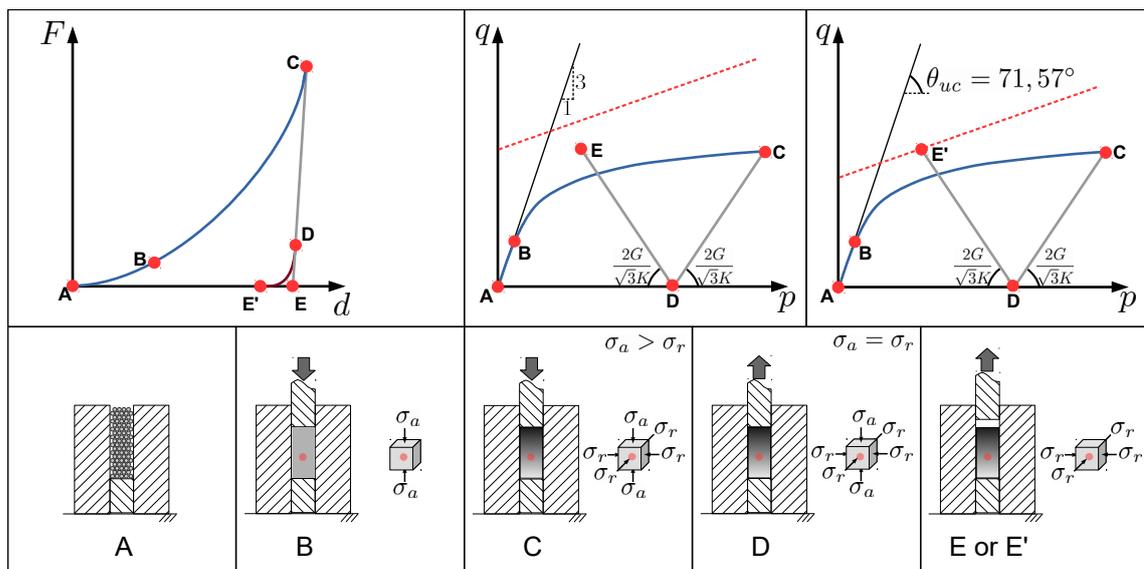


Figura 2.4 Representação esquemática do processo de prensagem em matriz rígida, mostrando: a curva força-deslocamento e o trajeto de carregamento típicos desta modalidade de ensaio mecânico.

Correlação de imagens digitais - CID

A técnica de correlação de imagens digitais consiste na aquisição de imagens por uma câmera digital de alta resolução de uma superfície de interesse que recebe uma pintura apropriada, denominada speckle. A finalidade desta

pintura é formar um contraste com tons de cinza para possibilitar ao algoritmo o mapeamento de uma malha com nós e elementos. Em seguida, utilizando-se deste programa, realiza-se um cálculo numérico para a medição de campos de deslocamento dos nós e, conseqüentemente, os campos de deformação dos elementos, entre uma imagem de referência e outra imagem deformada [10, 11]. Neste trabalho, as imagens foram processadas pelo software Correli-Q4™, implementado em Matlab™ por pesquisadores do LMT - Cachan (França).

A malha utilizada nos cálculos dos campos medidos pela técnica de CID é formada por elementos finitos do tipo Q4P1 - elemento quadrilátero plano de 4 nós - criados a partir da discretização das imagens digitais em pixels. A técnica Q4-CID confere significado mecânico a esta malha e o software calcula o deslocamento bidimensional de uma dada superfície.

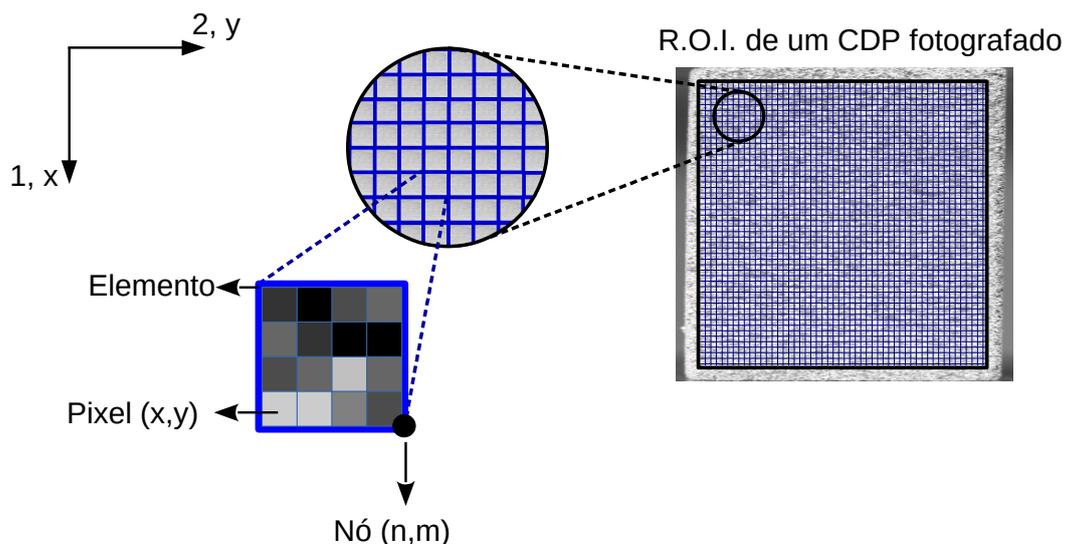


Figura 2.5 Representação esquemática dos eixos adotados para análise de CID de um ensaio mecânico e representação das partes essenciais para compreensão da técnica: pixels, nós e elementos.

A utilização da CID apresenta vantagens na obtenção de dados em relação aos ensaios mecânicos realizados convencionalmente: 1) fornece uma medida do deslocamento em inúmeros pontos distribuídos sobre toda a superfície fotografada do CDP, enquanto técnicas convencionais, como o uso de extensômetros, fornecem medidas médias de deformação de uma região escolhida no CDP que consideram somente a posição relativa de dois pontos que limitam essa

região; 2) é possível analisar a evolução do campo de deslocamentos e de deformações na superfície do CDP durante o ensaio mecânico; 3) os campos de deslocamentos são calculados a partir dos movimentos relativos dos pixels das imagens, portanto, eventuais deslocamentos de corpo rígido associados à flexibilidade e folgas do sistema de ensaios e 4) há ausência de contato com o corpo de prova, apropriado para os exemplos abordados neste trabalho em que o CDP é frágil e apresenta baixa coesão. Os aspectos negativos da técnica, além da complexidade de implementação, estão relacionados principalmente com a dificuldade na preparação e realização dos ensaios, nos quais são necessários câmera fotográfica de alta resolução, iluminação apropriada e computador para armazenamento das imagens. Isso pode resultar em maior custo e tempo de processamento de dados.

2.2 Revisão bibliográfica

Nesta seção será apresentada uma revisão bibliográfica acerca da temática principal desta tese. Por se tratar de uma ferramenta importante, o estudo da compactação e densificação mecânica de pós por meio do MEF tem sido tema de diversos trabalhos [9, 12–21].

No entanto, quando se trata da calibração e aplicação do modelo constitutivo DPC para simulação computacional da prensagem a frio de pós, a metodologia para identificação dos parâmetros do modelo de material diverge e, em muitos casos, são aplicadas simplificações que podem resultar em aproximações grosseiras nos resultados finais, por exemplo: identificação das tensões limites dos diferentes ensaios mecânicos e determinação dos parâmetros elásticos do material. Estas simplificações advêm, principalmente, do comportamento mecânico não convencional dos compactos verdes, que apresentam elasticidade não linear e mecanismos de plastificação (ou escoamento) únicos, dificultando a correta caracterização experimental de seus parâmetros.

Alguns trabalhos recentes [12, 22–26] caracterizam parâmetros das superfícies de escoamento dos modelos a partir das tensões de ruptura em diferentes ensaios mecânicos. Porém, as superfícies limites dos modelos utilizados são de escoamento e não de ruptura, esta abordagem pode resultar não só na identificação incorreta dos parâmetros como pode ignorar o encruamento destas superfícies. Atualmente, esta temática carece de referências na literatura sobre o comportamento mecânico de compactos verdes, o que dificulta a caracterização de propriedades chave para a correta calibração de modelos constitutivos que representem a compactação mecânica de pós, principalmente, o limite de escoamento desses materiais.

A dificuldade para a identificação do escoamento em compactados verdes fica em evidência quando Brown e Abou-Chedid [27], em 1994, utilizam o critério de escoamento comumente aplicado aos metais dúcteis para determinar o escoamento em compactados verde metálicos, ignorando completamente a fenomenologia que rege a transição elasto-plástica em materiais particulados.

Aydin et al. [4] estudaram a compactação mecânica de um pó cerâmico (alumina aglomerada) com o objetivo de compreender o processo de prensagem uniaxial em matriz rígida e a formação de não-homogeneidade estrutural nos compactos verdes fabricados por meio desta técnica. Para isso os autores estudaram o processo via duas perspectivas: (i) experimental e (ii) simulação computacional. Experimentalmente, foi realizada uma prensagem uniaxial em matriz rígida cilíndrica em que a amostra de pó utilizada fora concebida em camadas, isto é, foram introduzidas esferas de chumbo igualmente espaçadas ao longo do diâmetro da amostra a cada camada de 5 mm de pó. As esferas de chumbo serviram como marcadores para que, após a compactação, fosse realizado um estudo via difração de raios-x, ou seja, por meio da posição relativa entre as esferas de chumbo após a etapa de compactação, os autores estimaram a distribuição de densidades do compacto verde. Posteriormente, foi realizada uma simulação computacional do processo de prensagem uniaxial em matriz rígida cilíndrica, mostrando boa concordância entre os dados obtidos via experimento e simulação. Sobre a formação de não-homogeneidade estrutural nos compactos verdes fabricados via prensagem uniaxial em matriz rígida, os autores ressaltam que a etapa de descarregamento é crítica para o surgimento destes defeitos.

Wu et al. [28] utilizaram tomógrafos por raios-x para analisar o gradiente de densidades e o dano induzido durante a ejeção de compactos verdes de pós farmacêuticos. Comparações qualitativas entre a distribuição de densidades observadas nas tomografias e os resultados de simulações computacionais foram utilizadas como ferramenta de validação para o modelo constitutivo.

Foo et al. [29] usaram imagens obtidas via MEV de seções transversais obtidas de discos de alumina compactados a verde para identificar regiões com diferentes níveis de compactação.

Sinha et al. [9], em 2010, estudaram a sensibilidade do modelo DPC, durante a fase de descarregamento da prensagem em matriz rígida, aos parâmetros d e β . Para isso, os autores selecionaram dois pós distintos: celulose microcristalina e lactose; cujos modelos de material foram identificados via procedimentos bastante distintos por Cunningham et al. [25] e Michrafy [30] et al., respectivamente.

Cunningham et al. identificaram os parâmetros da superfície de Drucker-Prager por meio da tensão de ruptura obtida em ensaios de compressão simples e diametral realizados em compactos verdes. Michrafy et al. identificaram estes mesmos parâmetros com o auxílio de uma matriz instrumentada (capaz de mensurar deformações radiais e longitudinais). Neste caso, os autores consideraram que a superfície de Drucker-Prager era paralela à linearização do trajeto de carregamento oedométrico. Com base nos parâmetros identificados nestes dois trabalhos para o modelo DPC, Sinha et al. realizaram simulações computacionais do processo de prensagem em matriz rígida, concluindo que os parâmetros d e β , em conjunto com os parâmetros elásticos, são mandatários durante a etapa de descarregamento e pelo fato do potencial de fluxo, G_s ser função também de d e β o fenômeno da dilatância pode eventualmente ser sub ou superestimado pelo modelo constitutivo em caso de calibração grosseira destes parâmetros.

Shang et al. [16] apresentam diferentes procedimentos para calibração de modelos constitutivos para simulação da prensagem de pós. Todavia os autores sugerem que a identificação da superfície de Drucker-Prager seja realizada por meio da identificação das tensões de ruptura nos ensaios mecânicos.

Wagle et al. [31] relatam a dificuldade de aplicação de modelos constitutivos para a previsão de gradientes de densidade em aplicações industriais, uma vez que para a obtenção de alguns dos parâmetros são necessários ensaios relativamente complexos, como ensaios triaxiais e prensagem isostática em elevados níveis de compactação. A fim de compreender melhor estes parâmetros e suas influências no gradiente de densidades de compactados verdes, desenvolveram um estudo de sensibilidade dos parâmetros do modelo DPC via análise estatística. Concluíram neste estudo que tanto para pós metálicos quanto para pós cerâmicos, a ordem de influência destes parâmetros é: R ; β ; combinação entre R e β ; lei de encruamento (p_b vs. ε_{vol}^p) e combinação entre R e p_b vs. ε_{vol}^p .

Chtourou et al. [32] propuseram a identificação dos parâmetros elásticos de compactos verdes metálicos com o auxílio da técnica de ressonância flexural. Identificaram o módulo de Young (E) e de cisalhamento para corpos de prova compactados em diferentes níveis de pressão, obtendo a evolução dos parâme-

tros com a densidade relativa do compacto. Esta técnica faz medidas dos parâmetros elásticos dinâmicos, isto é, aplicando-se altas taxas de carregamento, sendo pouco sensível a efeitos relacionados ao tempo, como relaxação e fluência. Porém para simulação da prensagem uniaxial em matriz rígida, os parâmetros devem ser identificados em ensaios em que o compacto verde esteja confinado, pois o comportamento elástico é função da porosidade do compacto que, por sua vez, é função do nível de tensão normal média aplicada ao compacto.

Rocco [7] propôs um critério para identificação do limite de escoamento baseado no fenômeno de dilatância. A dilatância pode ser definida como o aumento de volume observado em materiais particulados sujeitos a tensões cisalhantes. Esse fenômeno foi descrito cientificamente pela primeira vez por Reynolds, em 1885, surgindo então o termo "dilatancy" (sugerido pelo próprio autor) [5]. Neste estudo, o autor aborda o tema de maneira fenomenológica e credita o comportamento mecânico não convencional e, até então, inédito dos materiais particulados, às interações interparticulares que diminuiriam o grau de liberdade das partículas e dificultariam o movimento relativo das mesmas com a aplicação de carregamentos mecânicos externos - sendo que as interações interparticulares são função do grau de compactação do material. Portanto, para materiais particulados compactados, o movimento relativo entre partículas só se torna possível a partir de um nível crítico de tensão de cisalhamento capaz de vencer a coesão interparticular. Neste estágio de carregamento, o movimento relativo entre as partículas resulta em desempacotamento das mesmas e, globalmente, causa expansão do material. Por outro lado, o cisalhamento de materiais particulados não compactados (pó solto) pode levar à compactação do mesmo, como ocorre nos processos de agitação em que as partículas se rearranjam até determinado grau de empacotamento.

Carnavas e Page [33] estudaram em 1998 o comportamento mecânico de pós metálicos durante a fase de descarregamento em uma prensagem uniaxial em matriz rígida. Foram investigados pós com partículas esféricas, dendríticas e irregulares mostrando forte dependência dos parâmetros elásticos com a morfologia das partículas. As medidas foram realizadas para diferentes densidades

relativas, no entanto, vale ressaltar que estas propriedades elásticas referem-se ao material confinado.

Para calibrar o modelo de Drucker-Parger/cap, Zeuch et al. [34] realizaram ensaios hidrostáticos e triaxiais para dois tipos de pós de alumina. Apesar das diferenças mecânicas entre os dois particulados, algumas tendências são observadas: o valor de E é dependente da pressão e da deformação, enquanto o ν é relativamente independente da pressão de compactação. O trabalho apresenta uma visão adicional em relação à dependência dos parâmetros elásticos com a pressão e a deformação volumétrica, uma vez que os mesmos são considerados constantes em outros estudos para materiais cerâmicos [35–38].

Gruber e Harmuth [37] realizaram simulações via MEF da prensagem de tijolos refratários utilizando o modelo Drucker-Parger/cap. Esse mesmo modelo foi adotado por Gruber et al. [38] na simulação da prensagem de bicos coletores refratários, utilizados na indústria siderúrgica. Em ambos os estudos não é apresentada a metodologia para identificação dos parâmetros elásticos.

Os parâmetros da superfície de Drucker-Prager para materiais cerâmicos de alguns trabalhos analisados são apresentados na Tabela 2.2.

Principais parâmetros do modelo DPC e coeficiente de atrito entre pó de alumina e paredes internas da matriz rígida (aço) obtidos da literatura.

Tabela 2.2 Principais parâmetros do modelo DPC e coeficiente de atrito entre pó de alumina e paredes internas da matriz rígida (aço) obtidos da literatura [39].

Referência	Material	d [MPa]	β [°]	R	μ
Aydin et al. (1996) [4]	99.99 % α - Al_2O_3	5.5	16.5	0.558	0.3
Aydin et al. (1997) [40]	99.99 % α - Al_2O_3	5.5*	16.5*	0.558*	0.2
Zipse, H. (1997) [35]	Al_2O_3 with 10% of ZrO_2	0.1	65	0.5	0.23
Zeuch et al. (2001) [34]	94% Al_2O_3	2.3	26.7	1.77	-
Zeuch et al. (2001) [34]	99.5% Al_2O_3	4.2	28.5	1.405	-
Canto et al. (2003) [19]	α - Al_2O_3	3.0	16.5*	0.558*	0.2
Shin H. and Kim J-B (2015) [14]	Al_2O_3	4	44	0.25 - 0.5	-
Le Corre et al. (2017) [20]	Mesoporous alumina	30	43	0.638	-
Le Corre et al. (2017) [20]	Macroporous alumina	17	13	0.638	-
Melo et al. (2018) [39]	Atomized alumina	3,25	55	0.75	0,3

* Mesmos parâmetros reportados por Aydin et al. (1996) [4].

É possível notar a obtenção de valores com diferenças significativas para materiais de mesma natureza. Estes resultados controversos demonstram a complexidade na identificação de um modelo constitutivo que represente o material em pó, tornando-se necessária a aplicação de técnicas mais precisas para ob-

ter parâmetros válidos. Vale ressaltar, no entanto, que esta comparação não é direta mesmo para materiais semelhantes, uma vez que as características físicas desses materiais granulares - formato da partícula e rugosidade superficial - influenciam o comportamento mecânico e, conseqüentemente, o modelo constitutivo.

Shin e Kim [41] abordaram a interpretação física para os parâmetros da superfície f_c do modelo DPC, R e α . Deste estudo inferiu-se que a lei de encruamento e o parâmetro de forma da superfície $f_c(R)$ controlam o caráter compressível do material no regime de deformação plástica [8, 42, 43]. Com o objetivo de investigar a influência destes parâmetros no modelo constitutivo, Shin e Kim [14] utilizaram variações sistemáticas da curva de encruamento e do parâmetro R . Como discutido na Seção 2.1, além dos parâmetros do material, para o cálculo numérico do modelo constitutivo é preciso definir o parâmetros α e $\varepsilon_{vol}^p|_0$, considerados ambos iguais a zero neste estudo.

Para cada análise, variando R e a curva de encruamento, foram determinadas duas maneiras de calcular a área da seção transversal de CDPs cilíndricos, uma assumindo incompressibilidade do material e outra levando em conta a variação volumétrica. Os autores concluíram que, ao assumir a hipótese de incompressibilidade do material, a tensão de ruptura do material é subestimada. Com base nestes resultados, Shin e Kim [14] propõem que na determinação experimental da superfície de falha por cisalhamento do modelo DPC por meio de ensaios de compressão simples, o caráter compressível deve ser considerado. A área de secção transversal do CDP deve ser determinada não apenas pela deformação axial, mas também pela deformação radial. Isto comprova a importância da utilização de técnicas não convencionais, como a de correlação de imagens digitais (CID), para identificação experimental do modelo constitutivo do material estudado. Com a utilização da técnica de CID as hipóteses acerca da compressibilidade não são necessárias, uma vez as alterações da área da seção transversal do CDP pode ser estimada pelas deformações transversais.

Sinka, Cunningham e Zavalings [44], em 2003, propuseram uma metodologia experimental de calibração do modelo DPC baseada no uso de uma matriz

instrumentada com sensores de pressão radiais e axiais (prensa uniaxial instrumentada). Os autores caracterizaram o comportamento mecânico de um pó de celulose microcristalina, identificando os parâmetros elasto-plásticos do pó em diferentes densidades relativas. Com o uso da matriz instrumentada, os autores identificaram, concomitante aos parâmetros do modelo constitutivo, o coeficiente de atrito entre pó e ferramental durante o processo de compactação. Após calibração do modelo constitutivo, simulou-se, por meio do MEF, o processo de fabricação de comprimidos farmacêuticos. Os resultados foram confrontados com mapas de densidade relativa superficial obtidas por meio de ensaios de dureza realizados na seção transversal dos comprimidos. Duas situações foram estudadas: primeiro com matriz e punções lubrificadas e segundo sem lubrificação. O estudo concluiu que o modelo DPC é capaz de representar a compactação de pós em ambas as situações e que a lubrificação do ferramental utilizado na compactação de pós influencia fortemente a densidade relativa nos compactos verdes.

Garner, Strong e Zavalings [45], em 2015, exploraram uma abordagem para obtenção dos parâmetros do modelo DPC em situações complexas, por exemplo: caracterização de materiais que não possibilitam a obtenção de corpos de prova com geometria e/ou integridade satisfatórios para realização de ensaios mecânicos e limitações no aparato instrumental para caracterização do material em níveis altos de compactação. Os autores relataram a impossibilidade de obter CDPs coesos em baixos níveis de densidade relativa (abaixo de 70 %) e a limitação dos sensores de pressão disponíveis, com capacidade máxima de 200 MPa (resultando em CDPs com ≈ 95 % de densidade relativa), inviabilizando a caracterização do material em níveis de densidade relativa abaixo de 70 % ou acima de 95 % - neste estudo, os autores caracterizaram um pó utilizado pela indústria farmacêutica. Portanto, propôs-se uma abordagem para extrapolação dos parâmetros do modelo DPC para níveis de densidade relativa baixos e altos e posterior análise de sensibilidade para avaliar eventuais impactos no resultado final da simulação.

Gandarillas et al. [46], em 2017, estudaram a influência da granulação de um

pó de celulose microcristalina nos parâmetros do modelo DPC. Neste trabalho a calibração da superfície f_s do modelo DPC foi realizada por meio da identificação da tensão de ruptura em ensaios de compressão simples e de compressão diametral. A lei de encruamento e a superfície f_c foram identificadas com o auxílio de uma matriz instrumentada, capaz de mensurar tensões axiais e radiais durante o processo de compactação. Os resultados deste trabalho mostraram que os parâmetros do modelo DPC são dependentes da densidade relativa e que, para o material não granulado, o valor de todos os parâmetros do modelo foram mais elevados. Sobre a lei de encruamento, concluiu-se que: (i) os materiais granulados necessitam de menos pressão, em relação ao mesmo material não granulado, para atingirem um determinado nível de compactação; (ii) com o aumento do tamanho do grânulos, necessita-se de maiores níveis de pressão para atingir um determinado nível de compactação.

Diarra et al. [47], em 2013, estudaram a influência de fenômenos dependentes do tempo (fluência e relaxação) na compactação de pós farmacêuticos e analisaram a utilização do modelo DPC acoplado com o módulo de fluência (*creep behaviour*) na simulação numérica deste mesmo processo. Os dados experimentais para calibração do modelo DPC foram obtidos por meio de ensaios mecânicos realizados em uma matriz instrumentada combinados com ensaios de compressão simples e diametral e os dados para determinar os parâmetros do módulo de fluência foram obtidos via otimização numérica conduzida utilizando o *software* AbaqusTM e uma rotina *Python*. Foi realizado um ensaio de compactação em matriz rígida instrumentada de dupla ação simétrica até a pressão de 120 MPa, os dados obtidos foram então comparados com uma simulação numérica mostrando que o comportamento de fluência é mais pronunciado na etapa de descarregamento, principalmente nos instantes finais do descarregamento. Concluiu-se que o módulo de fluência utilizado melhora a correlação entre os dados experimentais e computacionais, porém o modelo não é capaz de reproduzir todos os efeitos dependentes do tempo que ocorrem durante a compactação de pós, sendo necessárias investigações mais profundas sobre os comportamento mecânico da compactação de pós.

Diarra et al. [48], em 2017, realizaram um estudo comparativo entre os modelos DPC e Cam-Clay na simulação da compactação de pós farmacêuticos. Neste estudo, utilizou-se elasticidade linear e os parâmetros elásticos (E e ν) foram identificados com o auxílio de uma matriz instrumentada. Os parâmetros do modelo DPC foram identificados por meio de três ensaios: compactação em matriz instrumentada, compressão simples e compressão diametral. Os parâmetros do modelo de Cam-Clay foram obtidos a partir de um único ensaio em matriz instrumentada, evidenciando uma vantagem da utilização deste modelo. O estudo mostrou que a superfície elíptica do modelo Cam-Clay e a superfície f_c do modelo DPC se superpõe no plano meridional, levando, portanto, a resultados semelhantes em simulações de compactação de pó. Concluiu-se, primeiro, que ambos os modelos estudados são capazes de representar a densificação de pó em matrizes rígidas e que, apesar a calibração do modelo Cam-Clay ser mais simples e menos onerosa, este modelo apresenta a limitação de não representar a falha do compacto por cisalhamento.

Diarra et al. [49], em 2018, realizaram uma análise de sensibilidade dos parâmetros elásticos na simulação numérica da prensagem de pós utilizando o modelo DPC. Baseados em dados coletados da literatura, os autores realizaram simulações numéricas variando os parâmetros elásticos, E e ν , dentro de intervalos condizentes com a literatura. Nas simulações realizadas, a densidade relativa do compacto foi utilizada como variável de estado para atualização dos parâmetros elásticos por meio de uma subrotina USDFLD (*user defined field*) e as análises foram realizadas simulando uma prensagem de dupla ação simétrica com pressão axial máxima de 150 MPa. Os resultados mostraram que o módulo elástico, E , conforme esperado, não influencia a densificação do compacto, porém exerce influência na espessura final do compacto verde através da recuperação elástica. Já o coeficiente de Poisson, ν , exerce grande influência na distribuição de densidades do compacto verde e nas tensões radiais entre paredes da matriz e compacto, de maneira que, a sub ou superestimando o coeficiente de Poisson, podem-se obter densidades relativas irrealistas na simulação numérica.

Falgon et al. [50], em 2005, propuseram um procedimento para identificar a lei de encruamento de um pó cerâmico - não especificado pelos autores - e possibilitar a simulação computacional da compactação de pós por meio do modelo constitutivo DPC. Neste estudo, os autores realizaram parte da caracterização elasto-plástica do material por meio de ensaios mecânicos convencionais, como compressão simples e flexão quatro pontos para determinação dos parâmetros elásticos e da superfície de cisalhamento (f_s) para vários níveis de densidade relativa. Para determinação da lei de encruamento, os autores utilizaram um método de otimização numérica conjugado com um experimento físico com o objetivo de ajustar uma curva para representar a densificação do material. O parâmetro R foi considerado constante e igual a 0,558. Por fim, os parâmetros foram utilizados para calibrar o modelo DPC e simular a compactação de uma peça com geometria anelar. Segundo os autores, os dados obtidos via experimentos e simulação apresentaram boa concordância.

Shima e Mimura [51] utilizaram um dispositivo para realizar ensaios triaxiais em pó cerâmico e comparar os modelos de prensagem de pós metálicos. Variando as relações das tensões aplicadas nas três direções, constataram que a influência da componente de tensão hidrostática no critério para a densificação de pó cerâmico torna-se mais pronunciada com o aumento da densidade relativa, o que não ocorre com metais particulados.

Bortzmeyer [52] estudou os modelos mecânicos de comportamento do pó para descrever a determinação experimental de um modelo para uma zircônia a ser utilizado na simulação computacional pelo MEF. São apresentados exemplos de cálculos numéricos em que são observadas as principais diferenças no comportamento de pós metálicos, cerâmicos e solos, ressaltando uma maior complexidade na modelagem de particulados cerâmicos. O comportamento mecânico da zircônia foi analisado em um equipamento para ensaio triaxial padrão. Os resultados foram primeiramente interpretados em um modelo elasto-plástico. Posteriormente, notou-se a necessidade da introdução de uma superfície para limitar o critério de escoamento no eixo da tensão normal média (cap).

Zipse [35] implementou no *software* *Abaqus*TM modelos constitutivos para os

processos de prensagem e de sinterização, que permitiu calcular a distribuição de densidade no compacto verde e a distorção resultante do gradiente de densidades. A determinação dos parâmetros do modelo para a prensagem de uma dispersão de pó de Al_2O_3 contendo 10 vol.% de ZrO_2 foi realizada pela combinação de dados da literatura e experimentos de prensagem uniaxial confinada.

Park e Kim [53] analisaram o comportamento do pó de SiC em prensagem isostática a frio. Foi proposto um novo modelo *cap* a partir de dados experimentais do pó sob compressão triaxial e para diferentes pressões de confinamento. O modelo em questão foi implementado no *software* *Abaqus*TM e os de Cam-Clay e Drucker-Prager/*cap* também foram utilizados para comparação com os dados experimentais, sendo que o adensamento do material foi melhor previsto pelo novo modelo *cap*. A distribuição de densidades foi medida indiretamente pelos valores de dureza e também comparada com resultados das simulações. Foi constatado no trabalho que as tensões cisalhantes influenciam na densificação em baixas pressões de confinamento.

Zeuch et al. [34] realizaram ensaios hidrostáticos e triaxiais para determinar os parâmetros elásticos e plásticos do material e calibrar o modelo Drucker-Prager/*cap* para dois diferentes pós de alumina. Devido às grandes deformações associadas aos pós cerâmicos com baixo grau de empacotamento, a identificação foi realizada em um processo de duas etapas, no qual primeiro se determina as relações pressão-densidade para o particulado em compressão hidrostática e, em seguida, CDPs pré-compactados são ensaiados sob condições de carregamentos que induzem tensões desviadoras. Todos os parâmetros do modelo constitutivo foram identificados diretamente por este método, além das propriedades elásticas do material. As propriedades para os dois pós de alumina e o comportamento dos parâmetros do modelo foram analisados em diferentes pressões de compactação até uma pressão máxima de aproximadamente 70 MPa. Apesar de existirem algumas diferenças mecânicas detectáveis entre os dois particulados, algumas tendências são seguidas nos dois casos. Os módulos elásticos são dependentes da pressão e da deformação, enquanto o coeficiente de Poisson é relativamente independente da pressão de compactação, mas evoluem em

função da deformação. Os parâmetros da superfície de falha por cisalhamento d (coesão) e β são constantes até a pressão de 68,9 MPa. Os parâmetros do modelo são consistentes com os valores estimados por Aydin et al. [4], no entanto, no último caso os parâmetros elásticos constantes. Além disso, Aydin et al. supõem que os parâmetros d e β podem evoluir com a densificação, o que poderia explicar as diferenças entre as densidades previstas na simulação e as medidas no compactado.

Nos trabalhos de Henderson et al. [36, 54], a simulação via MEF do processo de prensagem isostática a frio de um tubo de material refratário, constituído por grafite, alumina e aglomerante, foi utilizada para definir um molde elastomérico adequado para uma boa aproximação em tamanho e formato do compacto verde desejado. Para representar o comportamento do material, um modelo constitutivo elasto-plástico com uma superfície de escoamento elíptica foi desenvolvido e implementado em uma sub-rotina no *software* comercial *AbaqusTM*. A calibração deste modelo foi realizada por meio de dois ensaios mecânicos: um uniaxial em um dispositivo cilindro-pistão desenvolvido por Song e Chandler [55], e um ensaio em matriz elastomérica cilíndrica vedada por uma tampa metálica, visando determinar os parâmetros de encruamento do material. O último ensaio não representa uma prensagem isostática perfeita, pois a tampa metálica não é flexível. Para o elastômero, foi adotado o modelo constitutivo hiperelástico de Mooney-Rivlin, calibrado por ensaios de tração uniaxial e compressão hidrostática. As simulações apresentaram boas aproximações com os resultados experimentais para a geometria do componente compactado, destacando a importância da consideração do molde elastomérico nas simulações para o caso de prensagem isostática.

Gruber e Harmuth [37] realizaram simulações via MEF da prensagem de tijolos refratários visando mostrar razões para heterogeneidade e possíveis defeitos indesejáveis no produto. Em uma primeira etapa, os dados foram coletados a partir de um processo de produção, incluindo a massa da mistura preenchida dentro do molde, e carga e o deslocamento durante a moldagem. Foi utilizado o modelo de Drucker-Prager/*cap* e o *software* comercial de elementos finitos

*Abaqus*TM. Os resultados mostraram a influência do atrito entre a mistura e o molde na distribuição de densidades e de tensões no tijolo compactado.

O mesmo modelo constitutivo foi adotado por Gruber et al. [38] para a simulação da prensagem de bicos coletores refratários - utilizados na indústria siderúrgica. A simulação via MEF foi utilizada para quantificar os fatores de influência na distribuição de tensões após a prensagem. Os principais fatores analisados foram o comportamento em compactação do material refratário, coeficiente de atrito entre o material refratário e molde e a geometria do bico coletor. Os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*cap* foram determinados por ensaios de compactação uniaxial em matriz rígida (ensaio oedométrico) e por um procedimento de análise inversa utilizando um modelo de elementos finitos do processo de prensagem do material [37]. Uma geometria foi selecionada de forma a aumentar a homogeneidade do produto e os resultados mostraram uma elevada influência do atrito entre o molde e o compactado sobre a distribuição de tensões após a prensagem.

Kadiri et al. [56] desenvolveram um experimento para avaliar o gradiente de densidades induzido pela prensagem uniaxial em matriz rígida, o experimento consiste na prensagem, em matriz rígida, de cinco discos homogêneos pré-compactados empilhados. Após prensagem, mediu-se a densidade de cada disco via porosimetria de mercúrio e avaliou-se o gradiente de densidades.

Aydin et al. [40] estudaram a variação dimensional de compactos verdes prensados via compressão uniaxial em matriz rígida. O estudo foi realizado em α -alumina de alta pureza, e a compressão uniaxial foi realizada com o auxílio de uma máquina de ensaios universal. Após ejeção, a geometria do compacto foi avaliada sem contato físico por um *scanner* a laser. Por fim, os dados obtidos foram comparados com simulações computacionais realizadas com auxílio do método dos elementos finitos.

Para melhor compreensão do comportamento mecânico de compactos verdes, ensaios mecânicos uniaxiais cíclicos passaram a ser utilizados para estudar o comportamento mecânico de materiais granulares. Riera e Prado [57] realizaram ensaios de compressão simples para avaliar o comportamento elástico

de compactos verdes em diferentes níveis de densidade relativa. Ensaios cíclicos permitem a avaliação de das tensões residuais após os descarregamentos e conseqüentemente a identificação do limite elástico do material.

Em 2018, Melo et al. [39] propuseram um procedimento experimental simples com o objetivo de validar modelos numéricos dedicados à simulação de compactação de pós, que geralmente são complexos e demandam equipamentos de alto custo. Neste trabalho, utilizou-se o modelo de Drucker-Prager Cap aplicado à alumina e realizaram-se dois ensaios mecânicos: uma prensagem uniaxial realizada com o auxílio de uma matriz instrumentada com sensores de pressão nos pistões inferior e superior e, após extração do compacto, uma re-prensagem isostática, resultando em um compacto com geometria similar à de um tronco de cone devido ao gradiente de densidade induzido na etapa de prensagem uniaxial. Para calibração do modelo de material, avaliaram-se diversos conjuntos de parâmetros encontrados na literatura [4, 14, 19, 20, 34, 35, 40] por meio de um modelo em elementos finitos automatizado. Compararam-se os resultados do modelo numérico com os dados experimentais (tensões normais medidas via sensores de pressão e geometria final do compacto) e obteve-se o conjunto de parâmetros capaz de minimizar a diferença entre dados experimentais e numéricos.

Montilha et al. [58] descreveram um procedimento experimental baseado na técnica de correlação de imagens digitais capaz de verificar o fenômeno da dilatação em um compacto verde submetido a compressão simples. Neste trabalho, o compacto foi submetido a um ensaio de compressão uniaxial cíclico realizado com o auxílio da técnica de correlação de imagens digitais, determinaram-se a ocorrência do fenômeno da dilatação por meio da avaliação da evolução de deformação plástica volumétrica (medida a partir da técnica de CID) e os parâmetros elásticos do compacto verde estudado.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 Materiais

Para a realização deste trabalho foi utilizado um pó cerâmico atomizado a base de alumina (Al_2O_3). A granulometria média do pó, obtida via peneiramento, é de $75 \mu\text{m}$ e a perda ao fogo foi de 2,7 % a 500°C por 2 horas. A densidade aparente do pó, obtida por meio de medidas diretas de massa e volume, é de $1,28 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. A densidade máxima do pó, obtida via picnometria de Hélio, é de $3,74 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$. Uma imagem obtida com o auxílio de um estereomicroscópio é mostrada na Figuras 3.1. O material foi fornecido pela empresa Ceraltec Cerâmica Técnica Ltda.

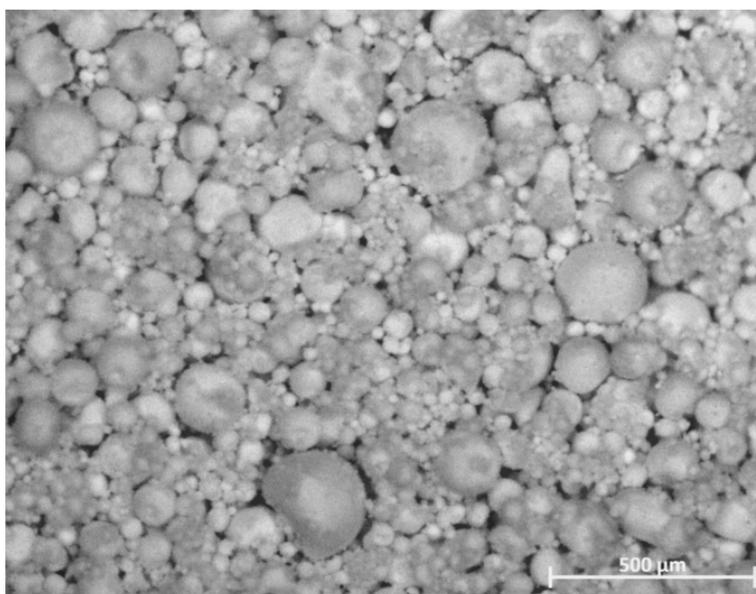


Figura 3.1 Imagem do pó cerâmico estudado obtida com auxílio de um estereomicroscópio Zeiss Stemi 2000-C.

3.2 Métodos

Nesta seção é proposta uma metodologia para investigação das propriedades mecânicas de compactos verdes e dos mecanismos de escoamento (ou plastificação) destes materiais. Tornando possíveis a identificação experimental de parâmetros elasto-plásticos para calibração do modelo constitutivo DPC e a simulação computacional do processo de prensagem a frio de pós. A seguir, a

metodologia é apresentada em duas etapas principais: (i) investigação das propriedades mecânicas do material e calibração do modelo constitutivo DPC e (ii) simulação computacional e validação experimental do modelo constitutivo.

Investigação das propriedades mecânicas do material e calibração do modelo constitutivo DPC

A investigação das propriedades mecânicas do material e a calibração do respectivo modelo constitutivo serão concomitantes e realizadas nas seguintes etapas:

1. Caracterização do pó;
2. Fabricação de CDPs em diferentes níveis de densidade relativa;
3. Identificação da lei de encruamento (p_b vs. ε_{vol}^p) e investigação das propriedades elásticas do material;
4. Realização de ensaios mecânicos com auxílio da técnica de CID;
5. Identificação dos parâmetros elasto-plásticos do material (E , ν e limite elástico);
6. Calibração do modelo constitutivo.

Estas etapas são detalhadas a seguir.

Caracterização do pó

Serão empregadas três técnicas para caracterização do material cerâmico particulado: (i) análise granulométrica; (ii) picnometria a hélio; e (iii) perda ao fogo.

Fabricação de corpos de prova - CDPs

Neste trabalho, foram utilizadas rotas de fabricação distintas para os CDPs utilizados nos ensaios mecânicos de compressão simples e de compressão dia-

metral (ensaio brasileiro). No decorrer do texto, nas referências aos ensaios mecânicos de compressão simples e diametral, serão utilizadas, respectivamente, as siglas: CS e BR.

Para realização do ensaio BR, primeiro, os CDPs foram pré-formados via prensagem uniaxial em matriz rígida realizada em máquina de ensaios universal. Para tanto foi projetada uma matriz específicas para fabricação de CDPs com formato de disco. Nesta etapa, foi aplicada uma pressão de compactação uniaxial, a mais baixa possível (≈ 10 MPa), suficiente apenas para imprimir a pré-forma nos CDPs e não induzir tensões desviadoras relevantes durante seu descarregamento e ejeção (Figura 3.2 (c)). Os CDPs pré-formados foram re-prensados em prensa isostática até a pressão final desejada por um tempo de ≈ 1 min. Para isso, os CDPs foram introduzidos em moldes elastoméricos flexíveis selados. Os níveis de pressão de compactação foram 20, 40, 100 e 200 MPa de maneira a abordar níveis típicos de compactação aplicada na fabricação por prensagem uniaxial dos produtos que utilizam o material em estudo. Após prensagem final, foram aferidos massa e dimensões dos CDPs nos diferentes níveis de compactação. O objetivo desta etapa é a obtenção de CDPs com geometria satisfatória para realização dos ensaios mecânicos BR. Esta metodologia está esquematizada nas Figuras 3.2 (c) e (d).

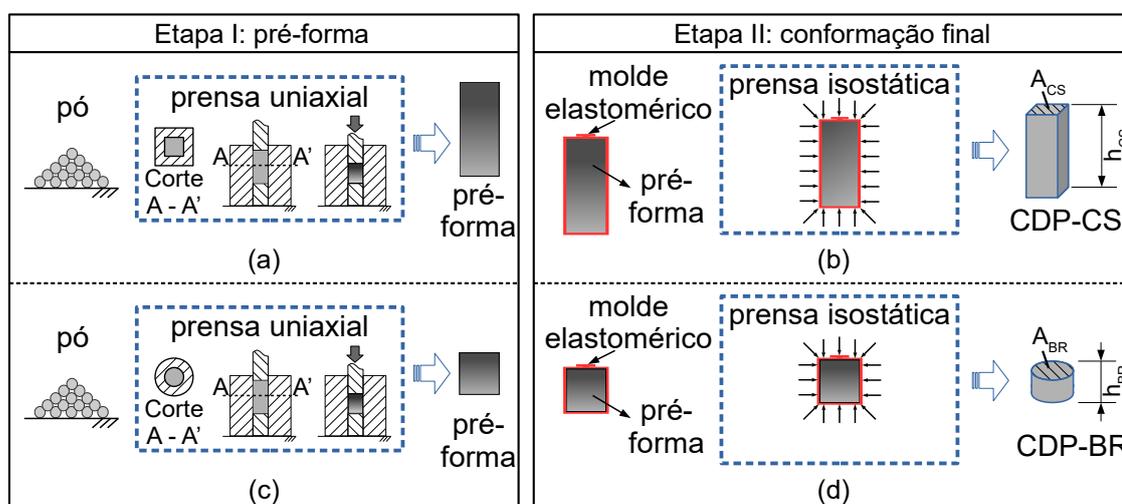


Figura 3.2 Metodologia para fabricação de CDPs para realização de ensaios de compressão simples (CS) e diametral (BR).

Para realização do ensaio CS, primeiro, os CDPs foram pré-formados via prensagem isostática. Para isso, o material em pó foi introduzido em moldes elastoméricos flexíveis selados e foi aplicada uma pressão de compactação isostática, a mais baixa possível (≈ 10 MPa), suficiente apenas para imprimir a pré-forma nos CDPs. Após esta etapa, os CDPs foram usinados manualmente para garantir a obtenção de uma geometria satisfatória para realização dos ensaios mecânicos. Neste caso, a utilização de matriz rígida para conformação das pré-formas mostrou-se inviável¹. Os CDPs pré-formados e usinados foram reprensados em prensa isostática até a pressão final desejada por um tempo de ≈ 1 min. Para isso, os CDPs foram introduzidos em moldes elastoméricos flexíveis selados e prensados isostaticamente a 20, 40, 100 e 200 MPa. Após prensagem final, foram aferidos massa e dimensões dos CDPs nos diferentes níveis de compactação. O objetivo desta etapa é a obtenção de CDPs com geometria satisfatória para realização dos ensaios mecânicos CS. Esta metodologia está esquematizada nas Figuras 3.2 (a) e (b).

Identificação da lei de encruamento (p_b vs. ε_{vol}^p) e investigação das propriedades elásticas do material

A identificação da curva de densificação do material em função da pressão hidrostática aplicada foi obtida a partir da medição do volume e da massa de um CDP compactado sequencialmente em níveis progressivos de pressão. Primeiro, foi mensurada a densidade aparente do pó (ρ_0), referente ao pó solto, com o auxílio de uma proveta e de uma balança de precisão. Após esta etapa, um CDP cilíndrico foi pré-formado em prensagem uniaxial em matriz rígida. Em seguida, o CDP pré-formado foi reprensado, com o auxílio de prensa isostática, em dez operações sequenciais que contaram com a aplicação dos seguintes níveis progressivos de pressão: 2, 5, 10, 20, 40, 60, 80, 120, 160 e 200 MPa. Ao término de cada uma das etapas descritas, foram aferidas massa e dimensões do CDP com o objetivo de calcular a densidade do compacto em cada um dos

¹As tolerâncias dimensionais, neste caso, devem ser extremamente baixas devido à granulometria do pó de alumina. Sendo parâmetros de difícil obtenção para geometrias não-circulares.

níveis de pressão de interesse (ρ_n).

A lei de encruamento da superfície *Cap* consiste na relação entre deformação plástica volumétrica (ε_{vol}^p) e tensão hidrostática aplicada (p_b). A partir do valor da densidade obtido para cada nível de pressão na identificação da curva de densificação, calcula-se a deformação plástica volumétrica (ε_{vol}^p) em relação ao estado inicial (pó solto) pela Equação 3.1.

$$\varepsilon_{vol}^p = \ln\left(\frac{\rho_n}{\rho_0}\right) \quad (3.1)$$

sendo ρ_n a densidade em cada nível de p_b e ρ_0 a densidade aparente.

Realização de ensaios mecânicos com auxílio da técnica de CID

Com o objetivo de caracterizar o comportamento mecânico do material em diferentes níveis de compactação, foram realizados ensaios mecânicos de compressão simples e de compressão diametral, ambos com o auxílio da técnica de CID.

Os ensaios de compressão simples (CS) foram conduzidos em ciclos sucessivos de carregamentos seguidos de descarregamento com carga máxima progressiva, possibilitando a posterior identificação dos parâmetros elásticos.

Os ensaios de compressão diametral foram realizados por meio de carregamentos monotônicos, com o objetivo de identificar o limite elástico do material através de trajeto de carregamento alternativo, possibilitando a calibração da superfície de escoamento por cisalhamento (superfície de Drucker-Prager) do modelo constitutivo.

Para aplicação da técnica de CID, as fotografias foram capturadas em instantes determinados durante os ensaios, com câmeras digitais de alta resolução (marca Canon e modelo T5, 18 Megapixels) e iluminação com LEDs. Duas faces laterais ortogonais foram fotografadas, possibilitando análise profunda acerca da qualidade do ensaio e isotropia do material.

Identificação dos parâmetros elásticos do material (E , ν e limite elástico)

Conforme proposto por Montilha [59], a análise dos parâmetros elásticos nos ensaios de compressão simples foi realizada nas etapas de descarregamento a partir dos ensaios cíclicos realizados, conforme esquematizado na Figura 3.3.

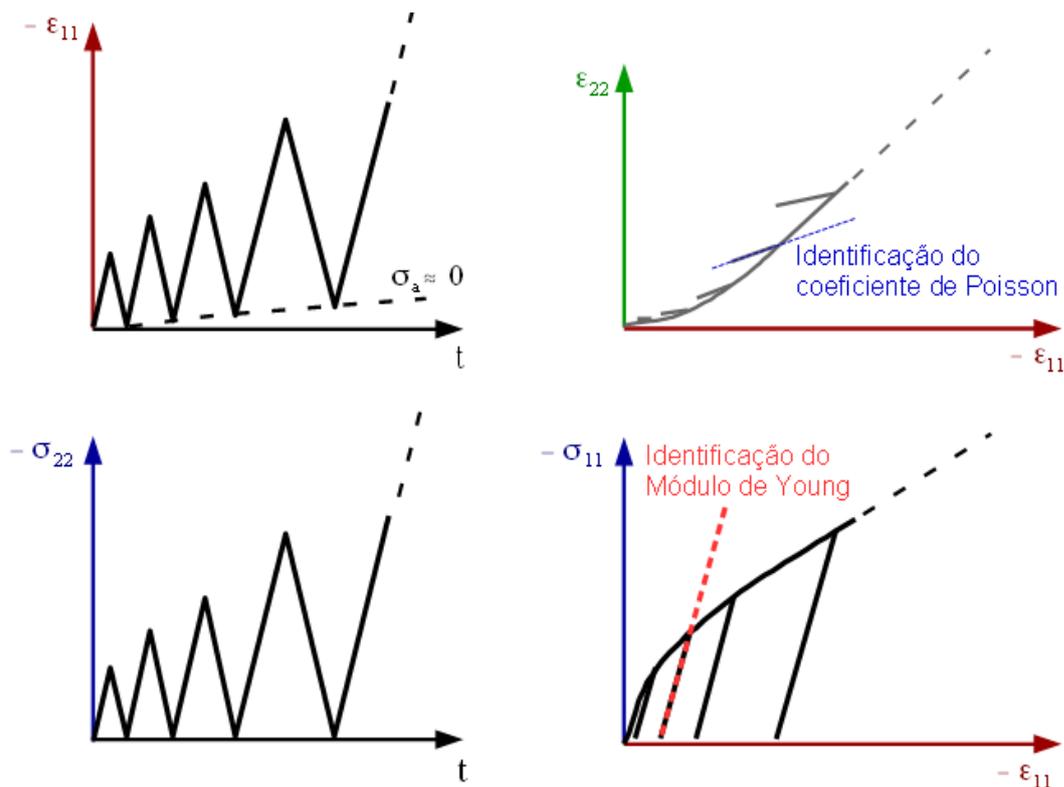


Figura 3.3 Procedimento para identificação dos parâmetros elásticos: (a) curva ε_{11} vs. t ; (b) identificação do ν a partir da inclinação da curva ε_{22} vs. ε_{11} ; (c) curva σ_{11} vs. t e (d) identificação do E a partir da inclinação da curva σ_{11} vs. ε_{11} . Extraído da dissertação de mestrado de Montilha [60].

Os ciclos foram utilizados para garantir que os parâmetros sejam analisados no regime elástico, portanto, a identificação destes foi realizada nos intervalos de descarregamento e recarregamento. O módulo de Young (E) foi obtido pela inclinação da curva σ_{11} vs. ε_{11} (tensão axial aplicada - direção longitudinal do CDP (vertical) ou direção do carregamento - σ_{11} , em função da deformação axial, ε_{11}). O coeficiente de Poisson (ν) foi determinado a partir da inclinação da curva ε_{22} vs. ε_{11} (sendo ε_{22} a deformação transversal à direção do carregamento). Este procedimento foi realizado pelo tratamento dos dados dos ensaios mecânicos

por meio de rotinas implementadas no *software MatlabTM*.

Para corroborar a identificação dos parâmetros elásticos (E e ν), foi utilizada a técnica de excitação por impulso com o auxílio do equipamento *Sonelastic[®]*. A técnica consiste em um ensaio não destrutivo para a determinação dos módulos de elasticidade dinâmicos e do amortecimento de materiais a partir das frequências naturais de vibração.

O procedimento de caracterização de materiais empregando a técnica de excitação por Impulso consiste em excitar o compacto verde com um leve impulso mecânico e captar a resposta acústica - que tem origem nas suas frequências naturais de vibração, frequências estas que dependem da massa, das dimensões, da geometria e dos módulos de elasticidade - com microfone.

A identificação do limite elástico foi baseada no fenômeno de dilatância, conforme proposto nos trabalhos de mestrado de Rocco [7] e de Montilha [60]. Sendo estabelecido que o escoamento (limite elástico) segundo a superfície de Drucker-Prager se inicia quando um valor limite da tensão de von Mises é atingido (q^{esc}). Este valor limite corresponde à tensão que supera as forças de coesão inter-particulares do compacto verde, causando desempacotamento das partículas e conseqüente aumento permanente de volume do compacto. Assim, para identificar o limite elástico foi avaliada a evolução da deformação volumétrica, ε_{vol} , durante os ensaios mecânicos por meio da aplicação da técnica de CID. A partir desta análise, será obtido o valor da deformação desviadora de escoamento (correspondente ao limite elástico) ε_{dev}^{esc} e a q^{esc} associada, conforme esquematizado na Figura 3.4.

Calibração do modelo constitutivo

Na Figura 3.5 estão ilustrados, esquematicamente, diferentes ensaios mecânicos que podem ser utilizados para determinação dos parâmetros das superfícies F_s e F_c . As linhas amarelas tracejadas representam os trajetos de carregamento dos diferentes ensaios mecânicos mostrados. Os pontos em preto, sobre as superfícies de escoamento, representam o estado de tensões referente ao escoamento plástico em cada modalidade de ensaio representada.

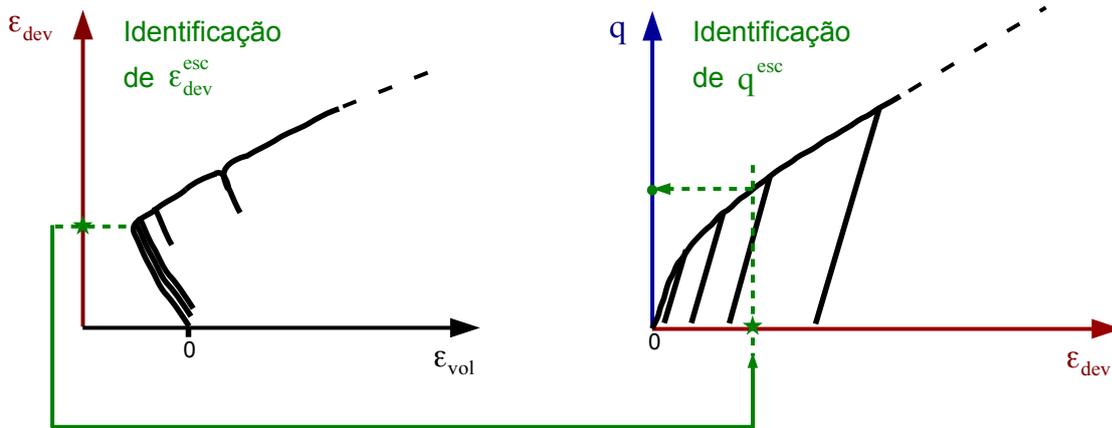


Figura 3.4 Procedimento para identificação de ε_{dev}^{esc} e de q^{esc} para definir o início do escoamento plástico por cisalhamento (associado ao fenômeno da dilatância). Extraído da dissertação de mestrado de Montilha [60].

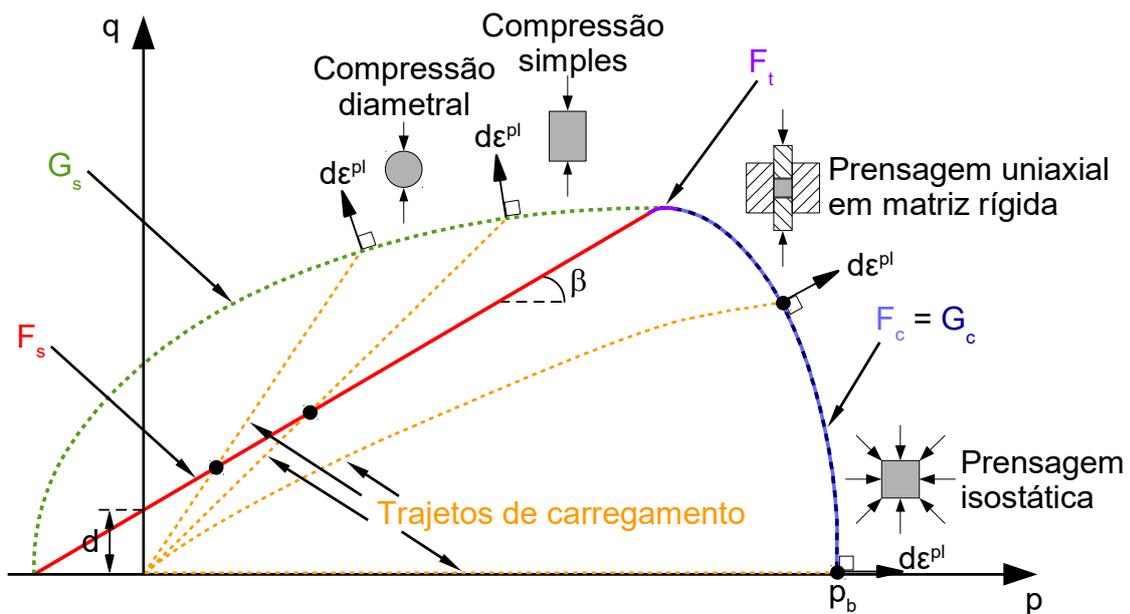


Figura 3.5 Representação esquemática do modelo DPC e dos ensaios mecânicos que serão utilizados neste trabalho para calibração dos parâmetros do modelo.

Como visto na seção 2, a superfície de Drucker-Prager (F_s) é linear no plano q vs. p (plano meridional) e os parâmetros d (coesão do material) e β (ângulo de atrito interno) podem ser obtidos por meio da combinação dos resultados de, no mínimo, dois ensaios mecânicos de trajetos de carregamento distintos. Neste trabalho, propõe-se a identificação de F_s a partir dos ensaios mecânicos de compressão simples e compressão diametral, conforme ilustrado na Figura 3.6.

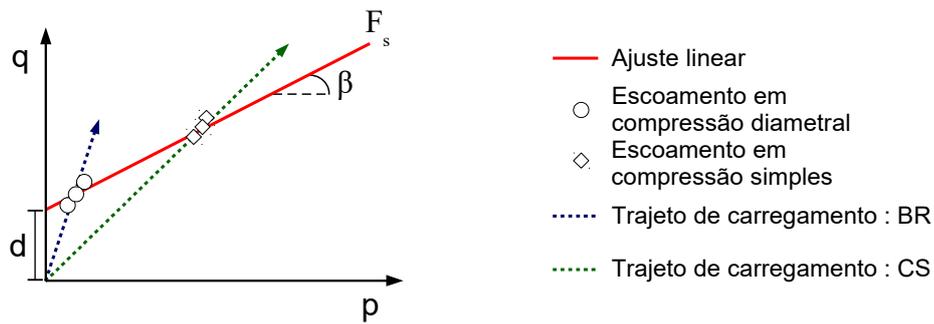


Figura 3.6 Trajetos de carregamento dos ensaios CS e do BR no plano meridional (p vs. q).

O ensaio de compressão simples induz um estado de tensões uniaxial e o tensor que o representa pode ser escrito na forma da Equação 3.2.

$$[\sigma_{cs}] = \begin{bmatrix} -\frac{F_{cs}}{A} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.2)$$

sendo F_{cs} o módulo da força aplicada e A a área da seção transversal do CDP. Tem-se, portanto: $-\frac{F_{cs}}{A} = \sigma_{cs}$ (compressão).

Pode-se, então, reescrever as tensões de von Mises (q) e normal média (p) da seguinte forma:

$$q = \sqrt{(\sigma_{cs})^2} = |\sigma_{cs}| \quad (3.3)$$

$$p = -\frac{\sigma_{cs}}{3} \quad (3.4)$$

resultando, portanto, em um trajeto de carregamento no plano q vs. p na proporção 1 : 3 ou formando um ângulo $\theta_{cs} = 71,57^\circ$.

De acordo com a Norma ASTM D3967-08 [61], o ensaio de compressão diametral ou brasileiro consiste na aplicação de uma carga, F_{br} , em um disco (diâmetro D e espessura t , conforme ilustrado na Figura 3.7) ao longo de dois pontos diametralmente opostos, induzindo um estado plano tensões no centro do CDP (representado pelo tensor descrito na Equação 3.5) - os discos devem possuir $0,20 < \frac{t}{D} < 0,75$ para que a hipótese de estado plano de tensões seja assumida.

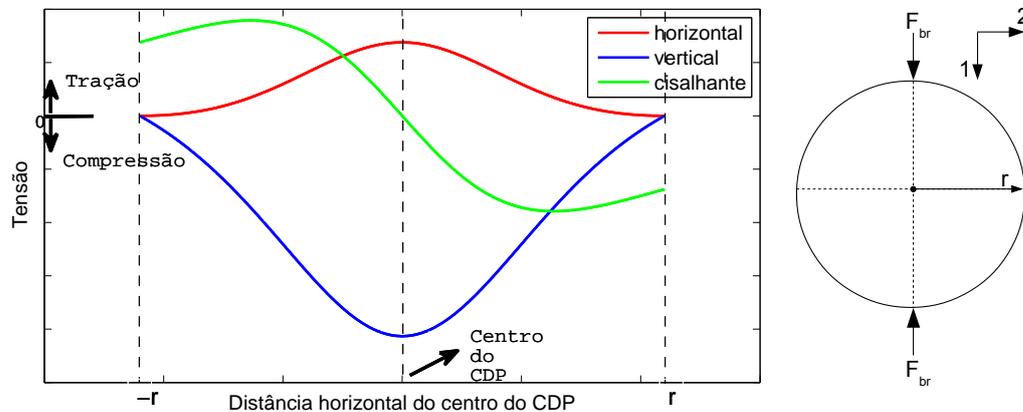


Figura 3.7 Campo de tensões no plano de carregamento do ensaio brasileiro para a condição de estado plano de tensões: solução analítica (extraída da dissertação de mestrado de Rocco [7]).

Na Figura 3.7 é mostrada a solução analítica para o campo de tensões atuante no plano transversal médio do CDP durante a etapa inicial de carregamento elástico. A linha vertical tracejada central representa o centro do CDP e observa-se que nesta região central ocorrem tensões normais de natureza trativa na direção horizontal e de natureza compressiva na direção vertical (direção de aplicação da carga). O tensor de tensões resulta em:

$$[\sigma_{br}] = \begin{bmatrix} -\frac{6F_{br}}{\pi Dt} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{2F_{br}}{\pi Dt} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (3.5)$$

sendo F_{br} a força, em módulo, exercida pelo atuador, D o diâmetro do CDP e t a espessura do CDP. Tem-se, na direção 1: $-3\sigma_{br} = -\frac{6F_{br}}{\pi Dt}$ (compressão) e na direção 2: $\sigma_{br} = \frac{2F_{br}}{\pi Dt}$ (tração).

Para o caso da compressão diametral, pode-se reescrever as Equações de p e q , da seguinte maneira:

$$q = \sqrt{\frac{1}{2} [(-3\sigma_{br} - \sigma_{br})^2 + (\sigma_{br} - 0)^2 + (-3\sigma_{br} - 0)^2]} = \sigma_{br} \sqrt{13} \quad (3.6)$$

$$p = -\frac{\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3}{3} = -\frac{-3\sigma_{br} + \sigma_{br} + 0}{3} = \frac{2\sigma_{br}}{3} \quad (3.7)$$

resultando, portanto, em um trajeto de carregamento no plano q vs. p com ângulo $\theta_{br} = 79,52^\circ$.

Os parâmetros d e β serão identificados para o material em diferentes níveis de compactação com o objetivo de avaliar a evolução da superfície F_s com a densificação mecânica do pó.

Validação experimental do modelo constitutivo

Após calibração do modelo constitutivo será realizada a validação dos parâmetros obtidos experimentalmente por meio da comparação destes com aqueles obtidos via métodos numéricos e análise inversa no trabalho de Melo et al. [39], que fora desenvolvido conforme as etapas enumeradas abaixo:

1. Experimentos para validação do modelo constitutivo em duas vias: (i) ensaios de compressão uniaxial em matriz rígida e (ii) ensaios de compressão isostática;
2. Calibração do modelo constitutivo por análise inversa com auxílio de simulação computacional dos experimentos de validação via MEF.

Estas etapas são detalhadas a seguir.

Experimentos para validação e avaliação do modelo constitutivo

Realizou-se ensaio compressão uniaxial em matriz rígida com punções instrumentados com o auxílio de uma máquina de ensaios universais marca INSTRON, modelo 5500R e capacidade de carga de 250 kN. A programação imposta aos ensaios mecânicos contou com carregamento seguido de descarregamento, com pico de força em 150 kN e velocidade de ensaio de 1 mm min⁻¹. Após prensagem o compacto foi ejetado (Figura 3.8 (a)). O objetivo desta etapa experimental foi a obtenção de um compacto verde cilíndrico com geometria regular e densidade não uniforme ao longo de sua altura.

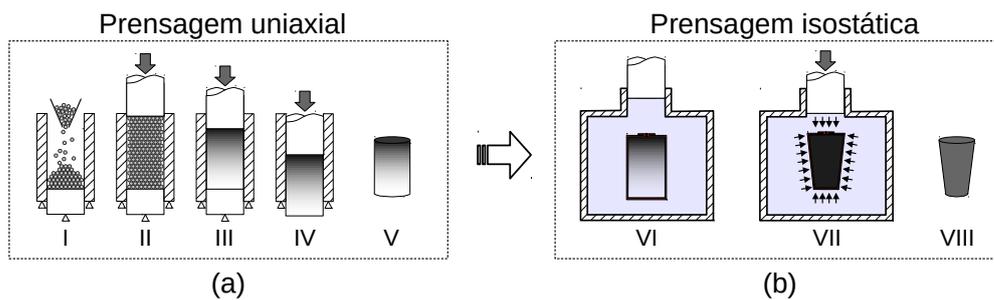


Figura 3.8 Etapas do ensaio de validação: (a) Prensagem uniaxial, (b) Prensagem isostática e (c) Medição da geometria do corpo de prova [39].

Posteriormente, realizaram-se duas prensagens isostáticas sequenciais (com o auxílio de uma prensa AIP CP360) no compacto verde oriundo da prensagem uniaxial: a primeira a 25 e a segunda a 200 MPa. Estas etapas de prensagens isostáticas conferem geometria não regular ao compacto verde devido ao gradiente de densidades induzido pela etapa de conformação anterior (Figura 3.8 (b)). Após cada uma das prensagens isostáticas aferiu-se a variação de diâmetro ao longo da altura do compacto (Figura 3.8 (b) VIII) com auxílio de um paquímetro (ABSOLUTE Digimatic, Mitutoyo Ltd, precisão de 0,02 mm).

Identificação do modelo constitutivo por análise inversa

Os experimentos realizados (prensagem uniaxial seguida de prensagem isostática) foram replicados em um modelo numérico composto por quatro partes: pistões superiores e inferiores, matriz e pó cerâmico.

As condições de contorno são detalhadas na Figura 3.9, a matriz e os pistões foram modelados como corpos rígidos e na prensagem uniaxial (Figura 3.9a) aplicou-se uma força de 150 kN no pistão superior que foi posteriormente removida para simular o descarregamento. A etapa de ejeção foi simulada com o movimento da matriz, enquanto os pistões foram mantidos fixos (Figura 3.9b). Por fim, a prensagem isostática foi simulada com a aplicação de uma pressão externa de 25 MPa, que foi posteriormente removida e aplicou-se então 200 MPa seguido de descarregamento. Após as duas etapas de prensagem isostática a geometria do compacto verde foi comparada com os dados obtidos experimentalmente.

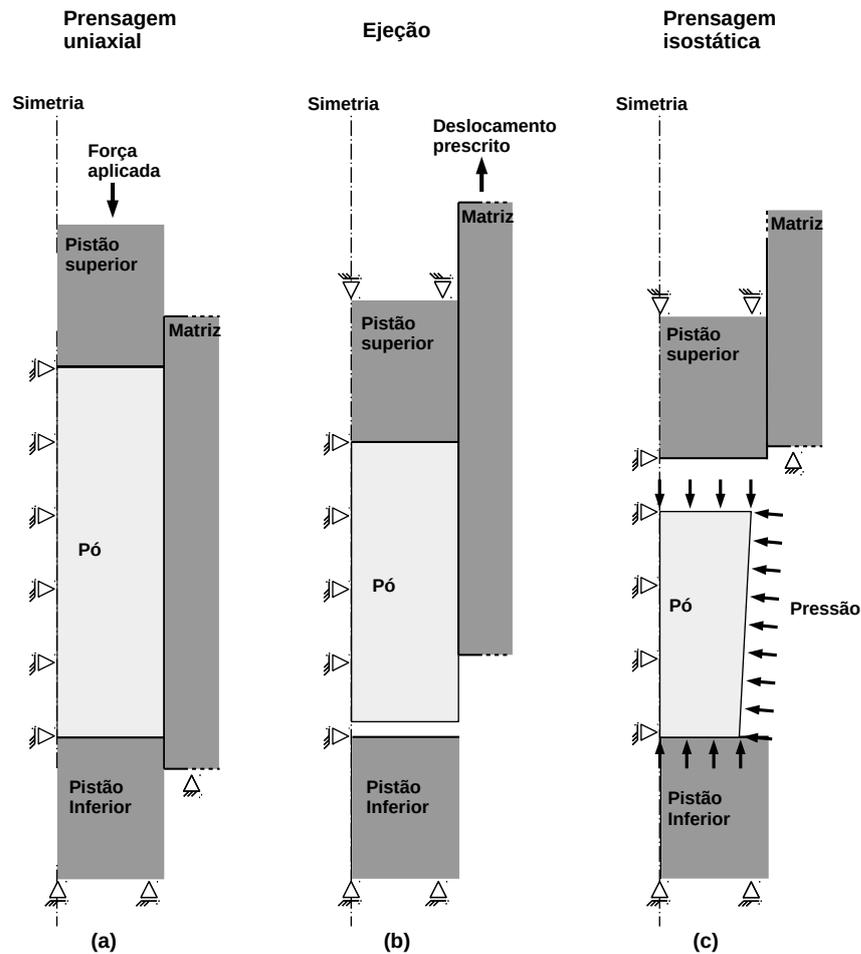


Figura 3.9 Modelo numérico da simulação computacional do procedimento de validação: (a) prensagem uniaxial, (b) ejeção e (c) prensagem isostática. Extraído de Melo et al. [39].

Interações mecânicas entre o pó e a cavidade da matriz foram modeladas com o algoritmo *hard contact* e atrito coulombiano, cujo coeficiente fora identificado via análise inversa. Os parâmetros do modelo DPC (modelo constitutivo escolhido para representar a compactação do pó) foram determinados por análise inversa, utilizando os dados experimentais dos sensores de pressão localizados nos pistões inferiores e superiores. A elasticidade do pó foi modelada como linear com módulo de Young igual a 2,7 GPa e coeficiente de Poisson igual a 0,13 [58]. As estruturas foram modeladas com elementos axissimétricos de 4 nós (CAX4).

Por fim, os parâmetros encontrados por meio da calibração experimental proposta neste trabalho foram comparados com os parâmetros relatados na Literatura

supracitada com o objetivo de corroborar a hipótese de que a ocorrência do escoamento plástico em compactos verdes é concomitante ao início do fenômeno da dilatância.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos nos ensaios experimentais e discussões acerca dos mesmos e, por fim, apresenta-se uma simulação computacional do processo de prensagem a frio do pó cerâmico em estudo.

4.1 Fabricação dos CDPs

A caracterização dos CDPs é apresentada nas Tabelas para os ensaios de CS e BR, respectivamente.

Tabela 4.1 Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão simples (CS).

P [MPa]	CDP	Altura média [mm]	Espessura média [mm]	Largura média [mm]	Massa [g]
20	cs-20-01	47,50	25,35	25,50	62,33
40	cs-40-01	46,85	25,50	25,30	65,89
100	cs-100-01	39,00	25,00	25,20	58,97
100	ccs-100-02	48,15	24,00	24,55	68,09
200	ccs-200-01	53,13	23,63	23,62	73,55

Tabela 4.2 Caracterização experimental dos CDPs fabricados para realização dos ensaios de compressão diametral (BR).

P [MPa]	CDP	Diâmetro médio [mm]	Espessura média [mm]	Massa [g]
20	br-20-01	67,20	12,15	87,48
40	br-40-01	66,10	12,10	90,52
100	br-100-01	64,95	12,10	96,22
200	br-200-01	58,00	13,11	85,90

Conforme detalhado na Seção 3.2, os CDPs fabricados para os ensaios de CS apresentam geometria paralelepípedica e aqueles fabricados para os ensaios BR possuem formato cilíndrico.

4.2 Lei de encruamento

Identificou-se a lei de encruamento do material por meio da fabricação de CDPs cilíndricos, conforme descrito na Seção 3.2. A curva de densificação do material é mostrada na Figura 4.1.

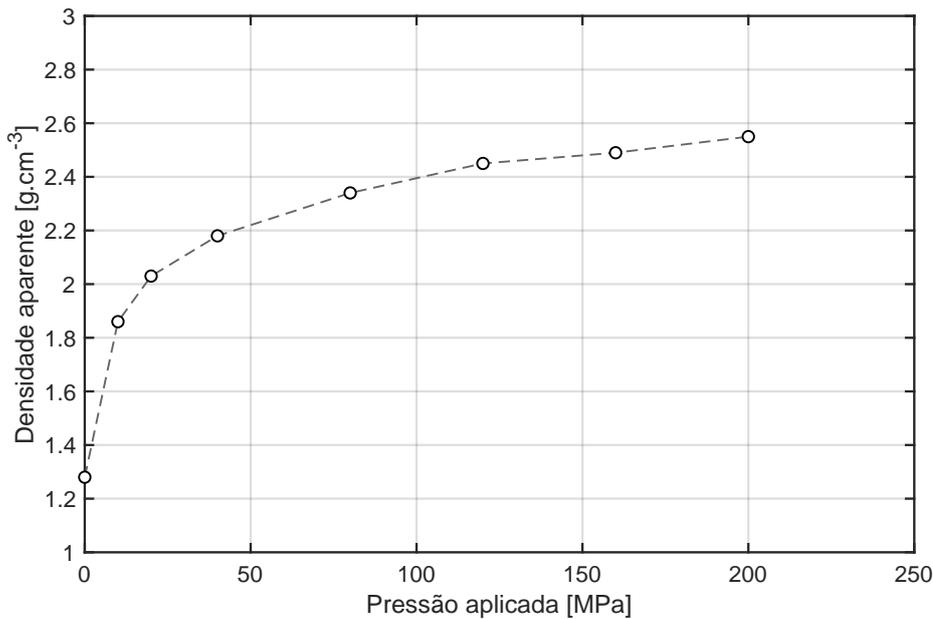


Figura 4.1 Curva de densificação do material: densidade aparente vs. pressão isostática aplicada.

O parâmetro de entrada requerido pelo modelo DPC implementado no *software* AbaqusTM para representar a densificação do material é a curva p_b vs. ε_{vol}^{pl} (lei de encruamento), conforme descrito na Seção 2.1, mostrada na Figura 4.2. Os dados foram obtidos a partir dos valores de densidade aplicados na Equação 4.1 (p. 46). A lei de encruamento é inserida no *software* na forma de uma tabela e valores intermediários são obtidos por meio de interpolação linear. Foi realizado um ajuste numérico de uma função exponencial ($f(x) = a \exp(bx) + c$) para representar a tendência apresentada pelos dados experimentais, conforme mostrado na Equação 4.1.

$$p_b = 0.03312 \exp(-13.55 \varepsilon_{vol}^p) + 2.250 \quad (4.1)$$

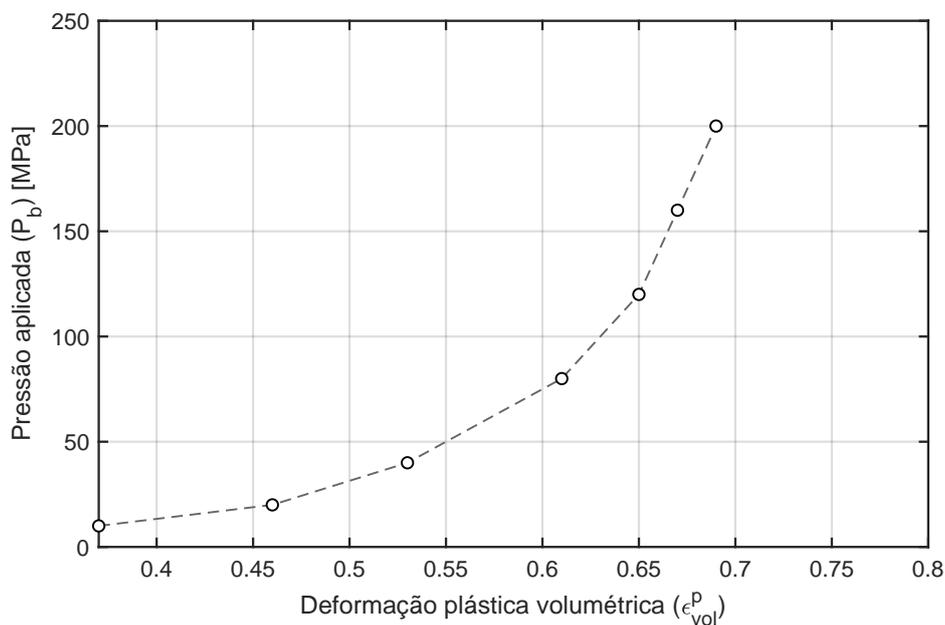


Figura 4.2 Curva de encruamento: parâmetro de entrada requerido pelo modelo DPC implementado no *software* AbaqusTM.

4.3 Ensaios mecânicos

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos nos ensaios mecânicos de CS e BR, ambos realizados com auxílio da técnica de CID e em quatro níveis de compactação: 20, 40, 100 e 200 MPa. Adotou-se a seguinte terminologia para as variáveis e direções relacionadas aos ensaios mecânicos:

- ϵ_{11} : deformação normal na direção 1 - direção longitudinal do CDP (vertical) ou direção do carregamento;
- ϵ_{22} : deformação normal na direção 2 - direção transversal do CDP (horizontal) ou direção perpendicular à direção do carregamento;
- U_{11} : deslocamento na direção 1;
- U_{22} : deslocamento na direção 2.

Com a utilização da técnica de CID, os campos de deslocamentos e deformações são calculados a partir dos movimentos relativos dos pixels das imagens,

portanto, a flexibilidade da máquina de ensaios e eventuais folgas e/ou irregularidades na interface entre CDP e máquina de ensaios são desconsideradas. Todos os ensaios mecânicos foram realizados com o auxílio de duas câmeras fotográficas, capturando imagens de faces opostas dos CDPs. Neste Capítulo são apresentados, portanto, resultados médios, que levam em consideração a média das deformações calculadas por meio técnica de CID aplicada às fotografias registradas por ambas as câmeras utilizadas.

4.3.1 Ensaios de compressão simples - CS

Os resultados e análises apresentados nesta seção são referentes a um ensaio de CS cíclico realizado em um CDP compactado a 200 MPa [58] (ccs-200-01), mostrado na Figura 4.3.

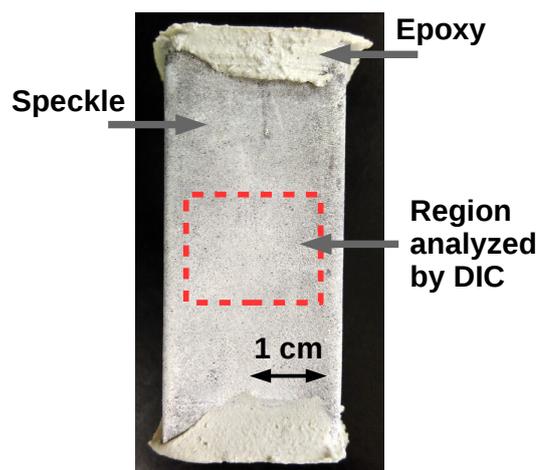


Figura 4.3 Registro fotográfico do CDP utilizado para realização do ensaio de compressão simples discutido nesta Seção, destacam-se: região utilizada para as análise via CID, pintura apropriada para aplicação da técnica de CID e a correção da geometria do CDP com auxílio de resina epóxi.

Os resultados dos ensaios de CS para um CDP prensado em cada um dos outros níveis de compactação estudados são apresentados no Apêndice A (p. 81). Na Figura 4.4 é mostrado o aparato experimental necessário para realização do ensaio mecânico de compressão simples com auxílio da técnica de CID.

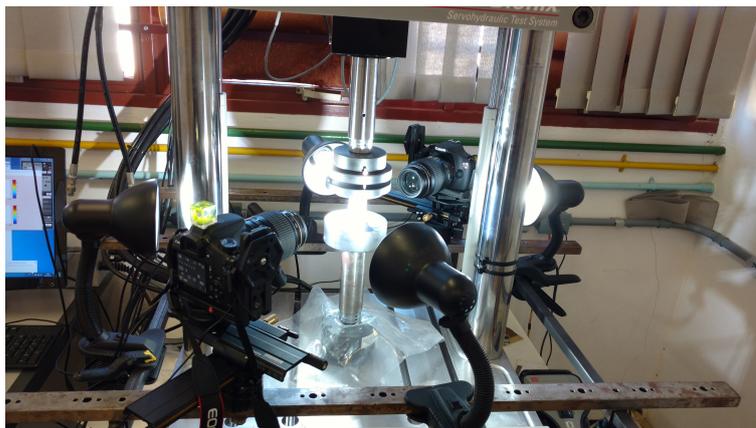


Figura 4.4 Registro fotográfico do ensaio de compressão simples realizado com o auxílio de duas câmeras fotográficas para aplicação da técnica de CID.

Resultados típicos obtidos de um ensaio CS

O ensaio, conduzido em ciclos de carregamento-descarregamento, foi realizado em uma máquina de ensaios servo-hidráulica, marca MTS, modelo Bionix com célula de carga com capacidade máxima de 15 kN. Utilizou-se pré-carga de 30 N e velocidade de ensaio de $0,01 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. A programação do ensaio, mostrada na Figura 4.5, conta com seis ciclos de carregamento-descarregamento e um carregamento final até a fratura do CDP. Nesta curva apresentam-se o deslocamento prescrito para o atuador da máquina de ensaios em função do tempo e a força, registrada pela célula de carga, em função do tempo de ensaio.

Na Figura 4.6 (a) é mostrada a curva tensão-deformação referente ao ensaio de CS, o campo de deformações foi medido e calculado via técnica de CID. Para esclarecer a aplicação da técnica, cada ponto plotado na curva refere-se a uma das imagens digitais capturadas durante o ensaio. Nota-se que o comportamento mecânico do compacto verde em compressão simples é complexo e não linear, devido principalmente à natureza porosa do material. A histerese observada nos descarregamentos e recarregamentos deve-se à presença de micro-trincas [62]. Neste caso, espera-se o aparecimento de deformações residuais quando aplicadas tensões superiores àquelas aplicadas na etapa de prensagem isostática na fabricação do CDP (200 MPa), todavia nota-se a tendência de re-compactação em níveis baixos de tensão, fenômeno que pode ser explicado pelo rearranjo das

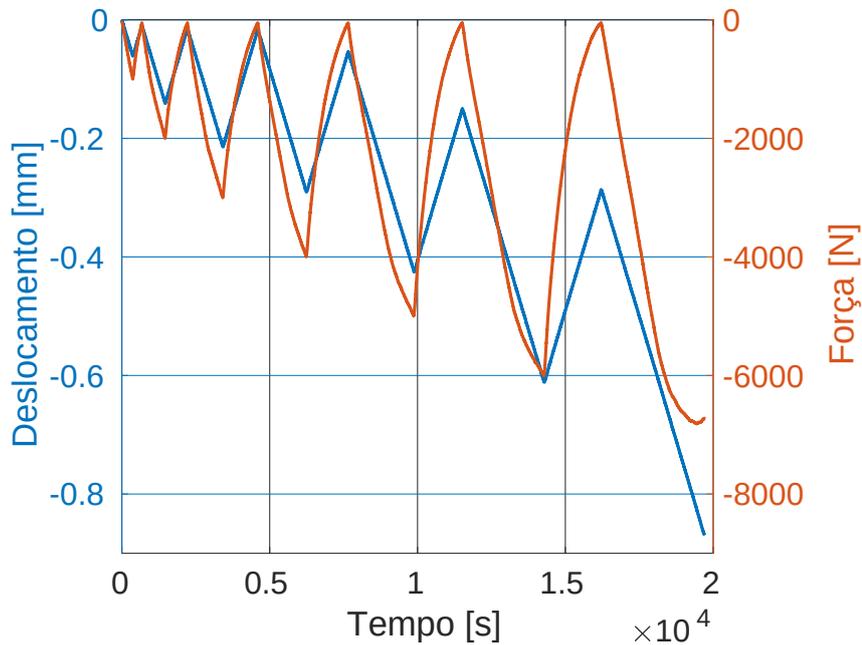


Figura 4.5 Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo.

partículas do material induzido por tensões cisalhantes. Na Figura 4.6 (b) foram traçadas as deformações ε_{11} , ε_{22} , ε_{dev} e ε_{vol} em função do tempo de ensaio. Durante o carregamento cíclico, ε_{vol} é negativa e decrescente até o terceiro pico da tensão (σ_{11}). Fenômeno creditado à re-compactação induzida pela tensão de cisalhamento e à compressão elástica inerente ao ensaio de compressão simples. Após o terceiro pico de tensão, observa-se um aumento expressivo de ε_{vol} , resultado do desempacotamento das partículas e responsável por induzir dano e trincas no material. Considera-se esta transição no comportamento de ε_{vol} como o limite elástico do material.

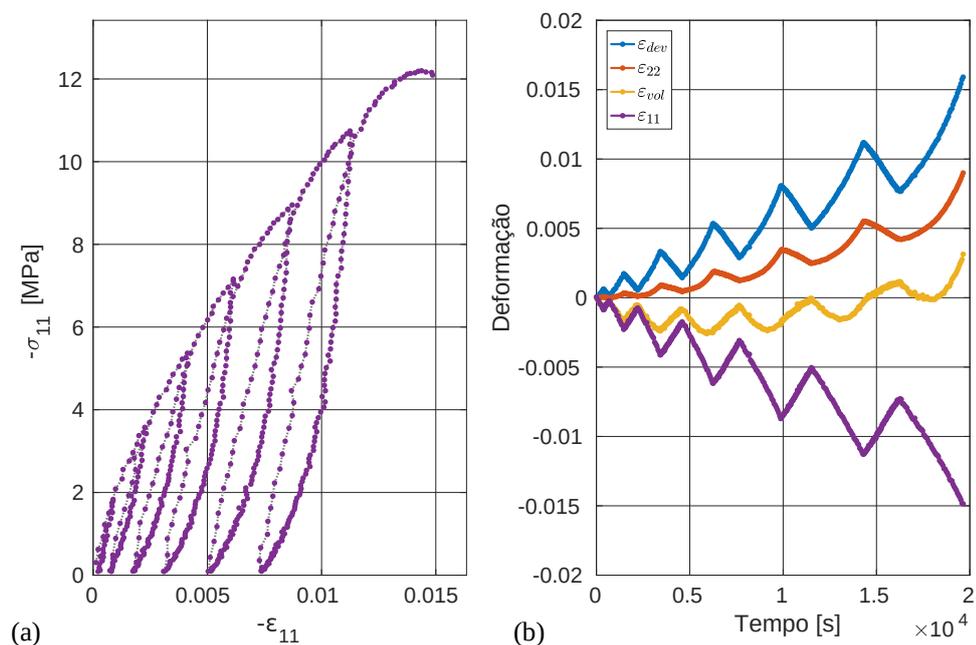


Figura 4.6 Ensaio de compressão simples cíclico: (a) tensão vs. deformação e (b) deformações vs. tempo.

Na Figura 4.7 são apresentadas as curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão simples realizados nas demais pressões de compactação estudadas.

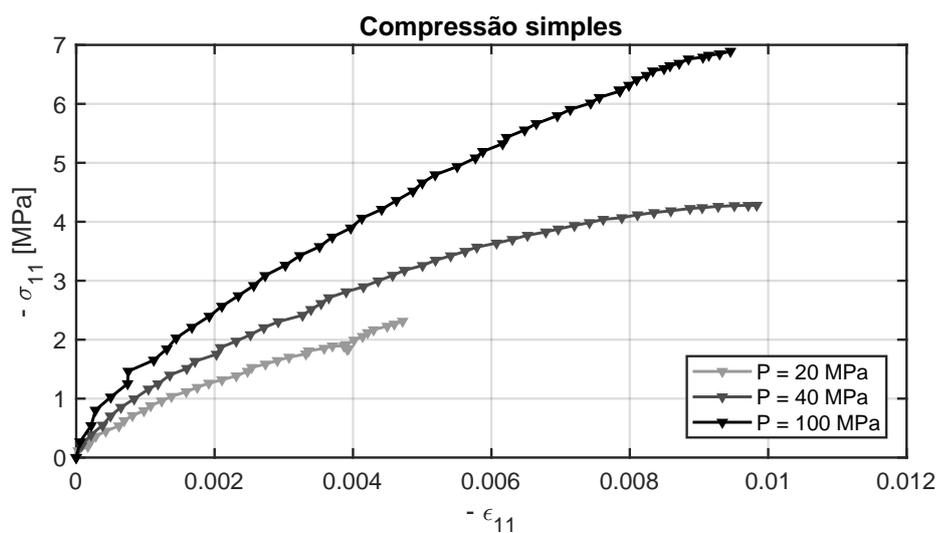


Figura 4.7 Curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão simples realizados nas demais pressões de compactação estudadas.

Avaliação crítica de um ensaio CS

Os campos de deslocamentos e o de deformações verticais da face do CDP referentes ao carregamento de -3000 N aplicado durante o terceiro carregamento do ensaio cíclico são mostrados na Figura 4.8. Cada pixel da imagem digital corresponde a 5,1 μm . A técnica de CID possibilita a análise do campo de deslocamentos global nas faces de interesse do CDP, permitindo que a verificação da qualidade do ensaio mecânico realizado, evitando a influência de efeitos de borda e eventuais não regularidades geométricas nos CDP e/ou no ferramental de ensaio. Por exemplo, nos primeiros estágios de um ensaio de compressão simples (antes que se façam presentes os fenômenos de escoamento e dano), os isovalores do deslocamento vertical (U_1) devem ser horizontais (Figura 4.8 a). Ainda, os isovalores do deslocamento horizontal (U_2) devem ser verticais e o campo de deformações vertical deve ser uniforme, conforme ilustrado nas Figuras 4.8 b e c. Constata-se, portanto, que no exemplo apresentado o ensaio teve uma qualidade satisfatória.

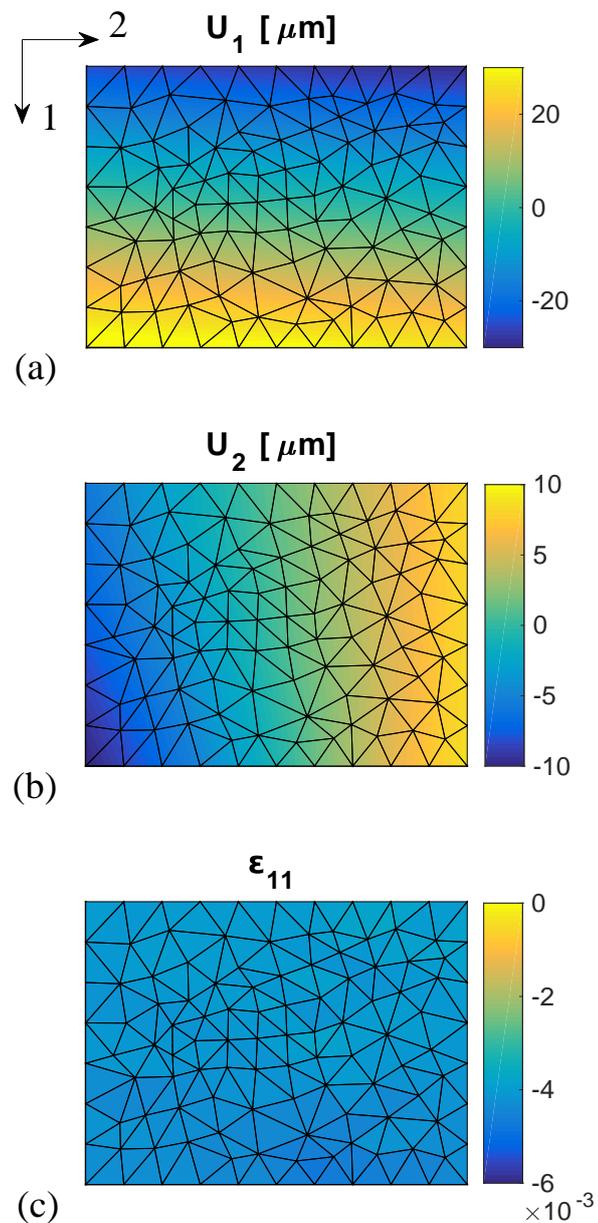


Figura 4.8 Campos de deslocamentos e deformações obtidos por meio da aplicação da técnica de CID em um ensaio de compressão simples: (a) deslocamento vertical (U_1); (b) deslocamento horizontal (U_2); e (c) deformação vertical (ϵ_{11}).

Identificação dos parâmetros elásticos e do limite elástico

Com o auxílio da técnica de CID, pôde-se observar o início da dilatância a partir da análise da evolução da deformação volumétrica (ϵ_{vol}), mostrada na Fi-

gura 4.9 a. Neste trabalho, o início da dilatância foi definido como o valor mínimo de ε_{vol} .

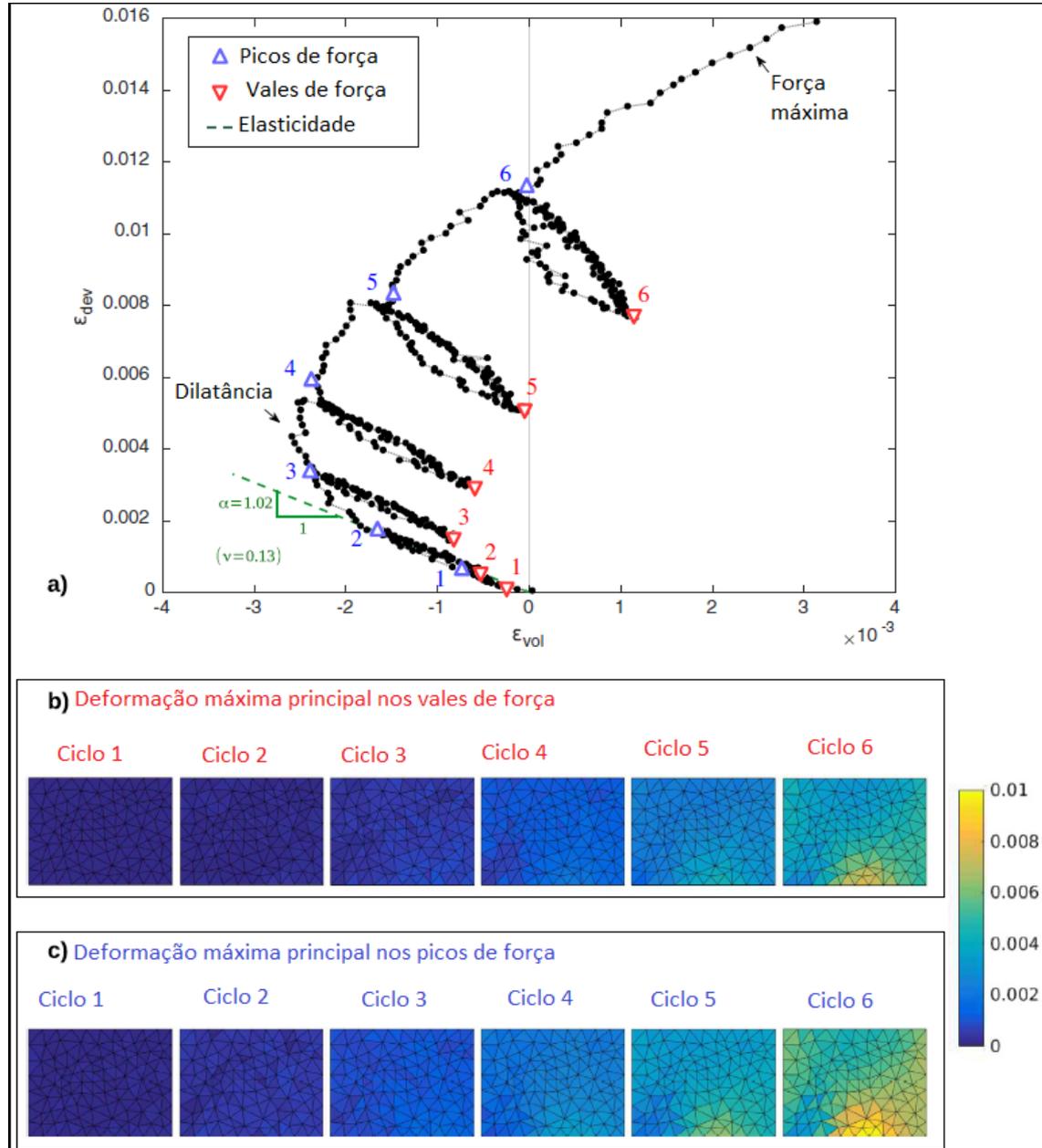


Figura 4.9 Fenômeno da dilatância observado com auxílio da técnica de CID: (a) ε_{vol} vs. ε_{dev} ; (b) e (c) campo das deformações máximas principais mostrando a nucleação e evolução de vazios e trincas (dilatância).

Antes do início da dilatância (limite elástico), os mecânicos relacionados à compressão elástica e re-compactação por meio de fechamento de poros e rearranjo inter-particular prevalecem. Após o início da dilatância, o aumento de volume é devido a mecanismos relacionados à nucleação de trincas e vazios. Nota-se que a dilatância ocorre em níveis de tensão abaixo da tensão máxima aplicada durante o ensaio mecânico, que é considerada em muitos trabalhos como critério de falha na calibração de modelos constitutivos dedicados à simulação do comportamento mecânico de materiais granulares. Mostram-se, também na Figura 4.9 a, os valores das deformações residuais ε_{vol} e ε_{dev} nos vales (∇) e nos picos de força (Δ).

Analisando a Figura 4.9 a, nota-se que o primeiro ciclo de carregamento-descarregamento não apresenta um nível considerável de deformação residual, portanto é razoável assumir que o material está no domínio elástico neste ciclo do ensaio. Pode-se escrever a inclinação da curva ε_{vol} vs. ε_{dev} (α), no contexto de um ensaio de compressão simples, conforme a Equação 4.2.

$$\alpha = \frac{\Delta\varepsilon_{dev}}{\Delta\varepsilon_{vol}} = \frac{2(1+\nu)}{3(1-2\nu)} \quad (4.2)$$

Por meio do método dos mínimos quadrados, aplicado aos pontos referentes ao primeiro ciclo de ensaio, encontrou-se um módulo elástico $E = 2655$ MPa (R-square: 0,96) e um coeficiente de Poisson $\nu = 0.13$ (R-square: 0,90) para o material em estudo. A inclinação α , calculada por meio da Equação 4.2, é mostrada na Figura 4.9 a.

Nas Figuras 4.9 b e c mostram-se os campos da deformação máxima principal nos vales e picos de força durante o ensaio - possíveis de serem analisados devido à aplicação da técnica de CID. As deformações máxima principais indicam regiões solicitadas por esforços trativos, o que contribui para a nucleação de trincas [63, 64]. Nota-se que o campo de deformações analisado é uniforme e apresenta valores baixo até o terceiro pico de força, o que indica baixa quantidade de vazios e/ou micro trincas sendo nucleados. Observa-se o aparecimento de não-uniformidades no campo de deformações a partir do quarto pico de força, indicando a nucleação de trincas e/ou vazios, tendência presente nos ciclos sub-

sequentes. Por fim, no sexto e último ciclo do ensaio, observa-se que os campos são altamente não uniformes, indicando que o material sofrera dano considerável em níveis de força abaixo do de fratura.

O módulo elástico foi obtido também pela técnica de excitação por impulso, neste caso, utilizaram-se CDPs com geometria cilíndrica em diversos níveis de compactação. As dimensões dos CDPs e os valores obtidos para o módulo elástico são apresentados na Tabela 4.4. Sendo P referente à pressão de compactação, L comprimento médio da amostra, d ao diâmetro médio e ρ a densidade média.

Tabela 4.3 Valores de E identificados pela aplicação da técnica de excitação por impulso.

P [MPa]	L médio [mm]	d médio [mm]	Massa [g]	ρ média [g/cm ³]	E [GPa]
10	117,50	19,60	65,89	1,86	1,01
20	114,69	18,96	65,89	2,03	1,83
40	112,60	18,50	65,89	2,18	2,55
80	106,78	18,31	62,75	2,34	3,06
120	105,61	17,99	62,75	2,45	3,86
160	104,70	17,93	62,75	2,49	4,44
200	104,15	17,77	62,75	2,55	4,99

Nota-se que para as condições de compactação estudadas, há discrepância relevante entre os valores obtidos para o módulo elástico via ensaio de compressão simples e excitação por impulso (Figura 4.10). A técnica de excitação por impulso mede o módulo elástico do material por meio de um carregamento dinâmico, enquanto que o módulo elástico mensurado via ensaio de compressão simples advém de um carregamento mecânico aplicado em baixas taxas de deformação - fato que justifica a diferença entre os valores obtidos experimentalmente via ambas as técnicas supracitadas.

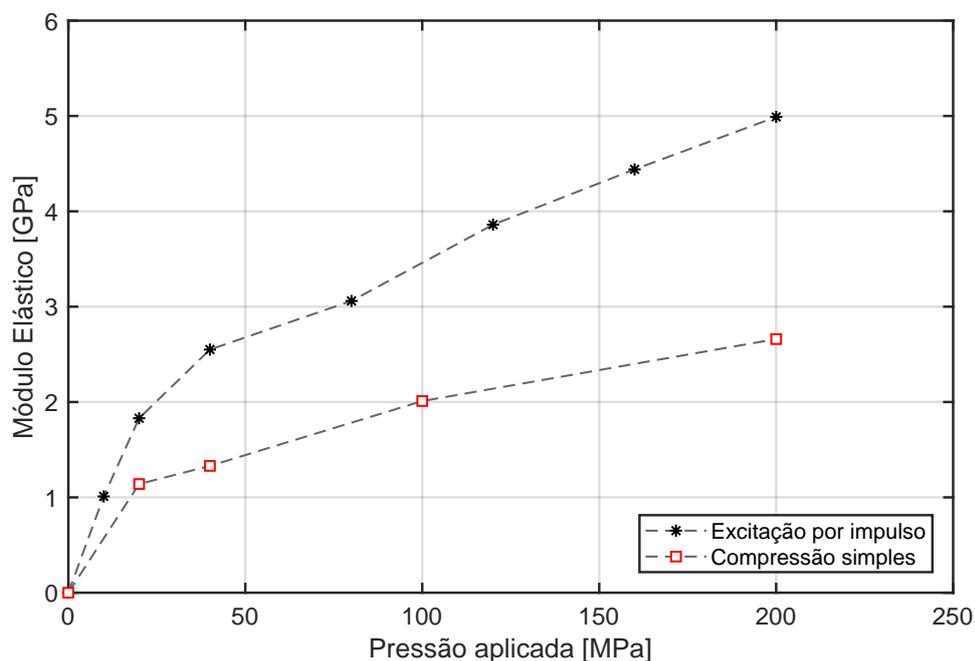


Figura 4.10 Módulo Elástico em função da pressão de compactação obtidos via excitação por impulso e ensaio de compressão simples.

Tabela 4.4 Parâmetros elasto-plásticos determinados por meio dos ensaios de compressão simples (CS).

P [MPa]	CDP	Módulo Elástico [GPa]	Coefficiente de Poisson
20	cs-20-01	1,14	0,48
40	cs-40-01	1,33	0,27
100	cs-100-01	2,01	0,40
200	cs-200-01	2,66	0,13

Determinação da tensão de escoamento

Determinou-se a tensão de escoamento do material a partir do fenômeno da dilatância, conforme descrito na Seção 3.2, utilizando-se o valor mínimo de ε_{vol} durante o ensaio de compressão simples (cs). Os valores da tensão de escoamento, q_{cs}^{esc} , são mostrados na Tabela 4.5.

Tabela 4.5 Valores da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatação (q_{cs}^{esc}).

P [MPa]	CDP	Tensão de escoamento de von Mises (q_{cs}^{esc}) [MPa]
20	cs-20-01	1
40	cs-40-01	2
100	cs-100-01	2,5
200	cs-200-01	4

4.3.2 Ensaios de compressão diametral - BR

Os resultados e análises apresentados nesta seção são referentes a um ensaio BR, realizado com o auxílio de uma máquina de ensaios servo-hidráulica, marca MTS, modelo Bionix com célula de carga com capacidade máxima de 15 kN, em um CDP compactado a 40 MPa (br-40-01). Os resultados dos ensaios de BR para um CDP prensado em cada um dos outros níveis de compactação estudados são apresentados no Apêndice B (p. 91). Na Figura 4.11 é mostrado o aparato experimental necessário para realização do ensaio mecânico de compressão diametral com auxílio da técnica de CID.

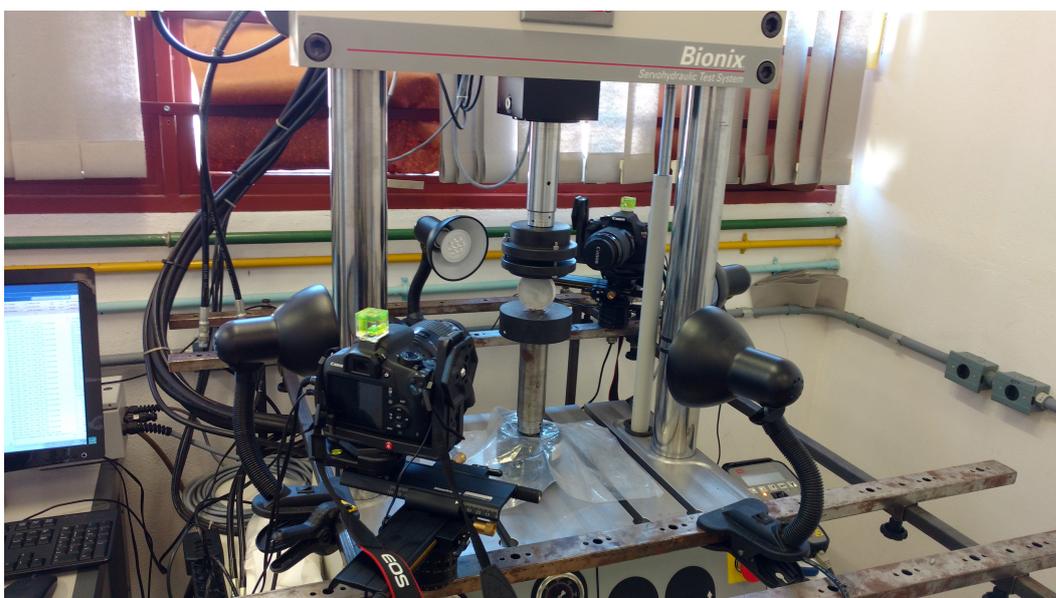


Figura 4.11 Registro fotográfico do ensaio de compressão diametral realizado com o auxílio de duas câmeras fotográficas para aplicação da técnica de CID.

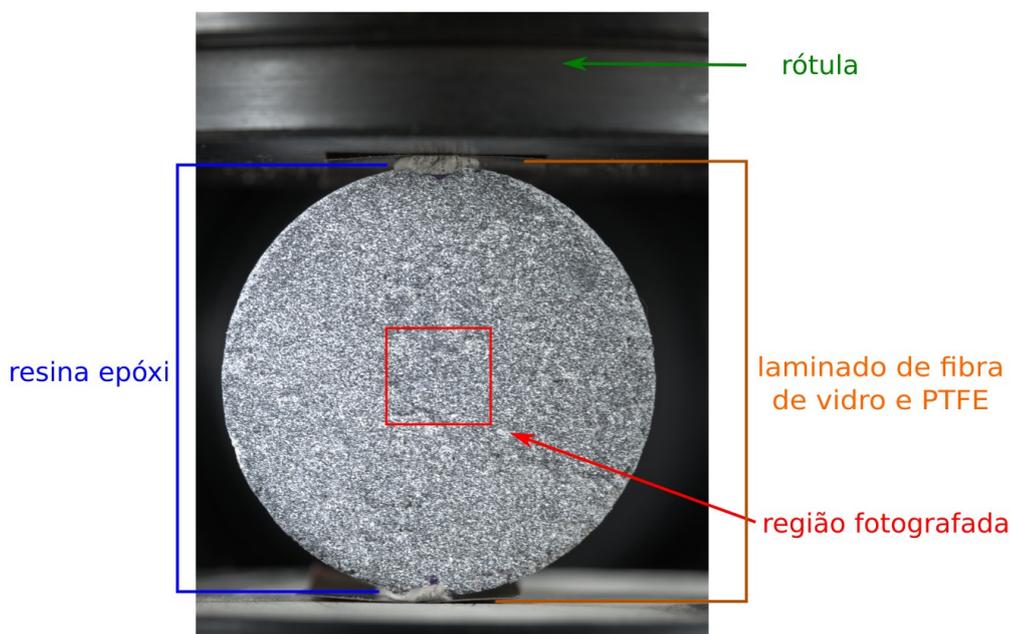


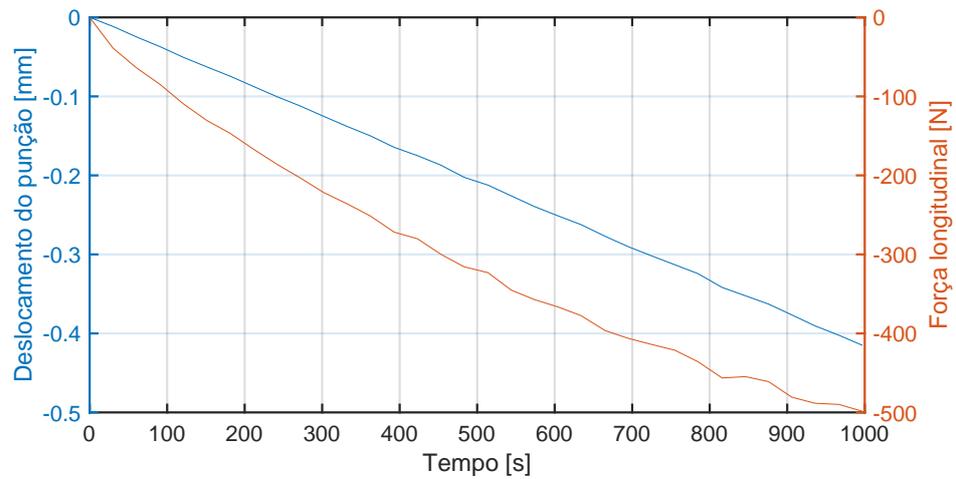
Figura 4.12 Fotografia do CDP ajustado às placas da máquina de ensaio para realização dos ensaios brasileiros [59].

Resultados típicos obtidos de um ensaio BR

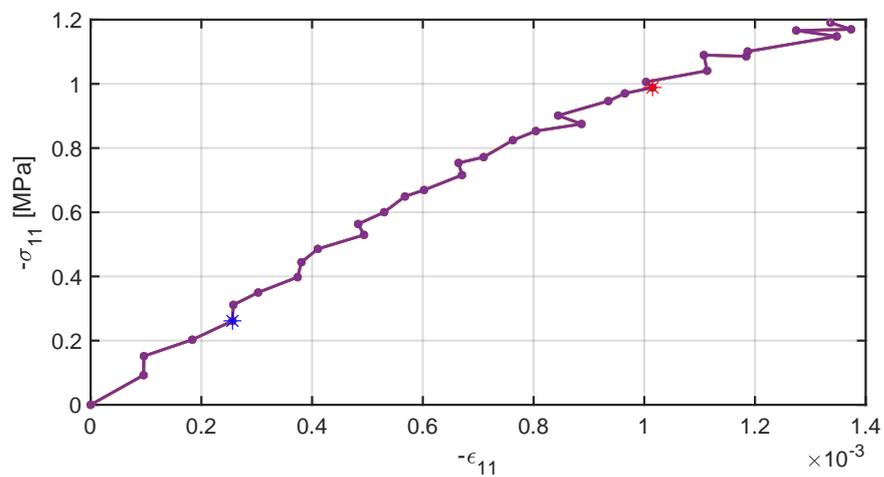
Os ensaios brasileiros foram conduzidos com carregamentos monotônicos. Para a realização destes ensaios, utilizou-se uma pré-carga de 30 N e velocidade do atuador de $0,01 \text{ mm min}^{-1}$. Na Figura 4.13 (a) é apresentada a programação do ensaio, nesta curva tem-se o deslocamento programado para o atuador da máquina de ensaios em função do tempo e a indicação da força registrada pela célula de carga no decorrer do ensaio. Utilizaram-se os resultados obtidos no ensaio realizado no CDP br-40-01 para exemplificar o comportamento mecânico do compacto verde sob compressão diametral.

Na Figura 4.13 (b) é mostrada a curva tensão-deformação referente ao ensaio BR, o campo de deformações foi medido e calculado com o auxílio da técnica de CID. Nota-se que o comportamento mecânico do compacto verde em compressão diametral é complexo e não linear. Na Figura 4.13 (c) foram traçadas as deformações ε_{11} , ε_{22} , ε_{dev} e ε_{vol} em função do tempo de ensaio. Pode-se observar que no início do ensaio, o comportamento da ε_{vol} é análogo ao observado nos ensaios de CS, sendo negativa nos instantes iniciais, configurando a tendência de re-compactação do material e a compressão elástica imposta pelo

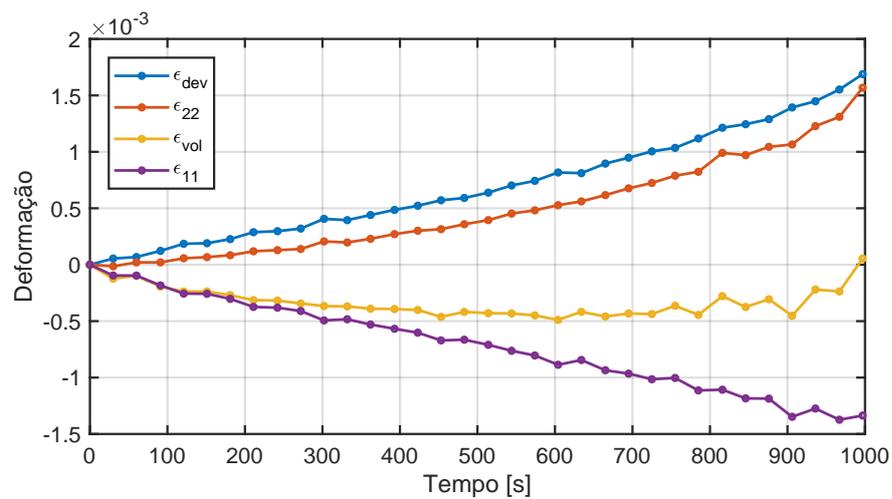
carregamento. Observa-se também o fenômeno da dilatação, identificado pelo expressivo aumento de ε_{vol} a partir de um nível crítico de carga aplicada durante o ensaio. Ainda, pode-se notar que as curvas obtidas apresentam mais ruídos se comparadas aos resultados dos ensaios de CS, devido principalmente aos menores níveis de deslocamentos e deformação aplicados no material durante o ensaio BR, isto é, o material deforma-se muito pouco até a fratura em compressão diametral. Observa-se também que ε_{22} é muito maior do que a ε_{11} , devido a atuação de tensões de natureza trativa na direção 2. Ocorre um aumento significativo de ε_{22} e, conseqüentemente de ε_{vol} , na fase final do ensaio, em que há desempacotamento das partículas que induz danos localizados e aparecimento de trincas.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.13 Ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com $p = 40$ MPa (br-40-01): (a) deslocamento do atuador e força vs. tempo de ensaio; (b) tensão longitudinal vs. deformação longitudinal; (c) deformações vs. tempo.

Na Figura 4.14 são apresentadas as curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão diametral realizados nas demais pressões de compactação estudadas.

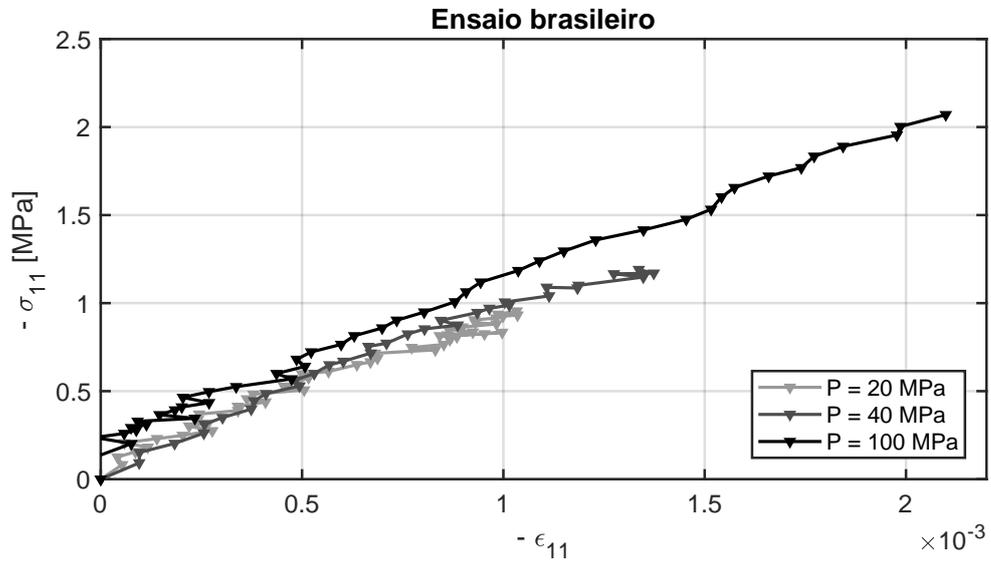


Figura 4.14 Curvas tensão-deformação referente aos ensaios de compressão diametral realizados nas demais pressões de compactação estudadas.

Avaliação crítica de um ensaio BR

O mesmo ensaio (CDP br-40-01) foi utilizado para apresentar a avaliação da qualidade do ensaio por meio da técnica de CID e os resultados que podem ser obtidos com a aplicação da mesma em um ensaio de compressão diametral (Figura 4.15). No ensaio BR foi fotografada a região de interesse central do CDP ($\approx 10\%$ da área total), assim, a região selecionada para o cálculo dos valores médios foi a própria imagem analisada via CID. Os campos de deslocamentos e deformações vertical e horizontal são apresentados na Figura 4.15. Os mesmos referem-se à imagem número 05, capturada no início do ensaio (ver Figura 4.13 (b) com destaque para o marcador *), com uma força aplicada de $\approx -110\text{ N}$.

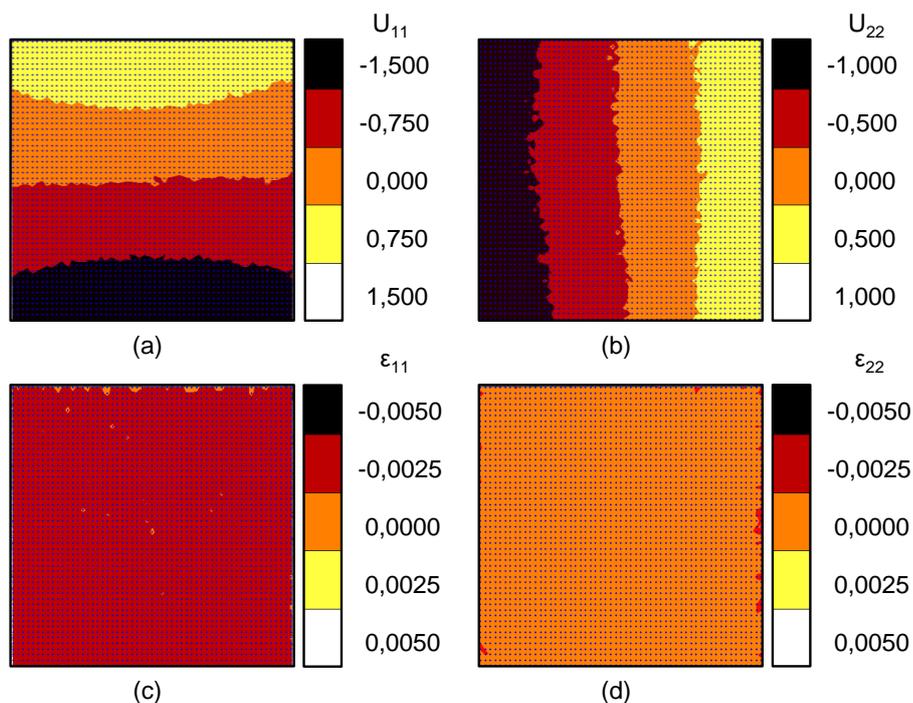


Figura 4.15 Campos obtidos pela técnica de CID (imagem 05) em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 40 MPa (CDP br-40-01) e submetido a uma força de $\approx -110\text{ N}$: (a) deslocamentos na direção vertical (U_{11}); (b) deslocamentos na direção horizontal (U_{22}); (c) deformação na direção vertical (ε_{11}) e (d) deformação na direção horizontal (ε_{22}).

A partir dos campos de deslocamentos é possível avaliar principalmente se a aplicação do carregamento corresponde ao previsto em um ensaio BR. No exemplo apresentado, o ensaio teve qualidade satisfatória, pois as faixas representativas dos isovalores dos deslocamentos verticais (U_{11}) são predominantemente

horizontais e para os deslocamentos horizontais (U_{22}), as mesmas são verticais. Além disso, os campos de deformação ε_{11} ou ε_{22} são praticamente homogêneos, pois neste estágio ainda não ocorreram os fenômenos de escoamento ou dano.

Na Figura 4.16 apresentam-se os campos de deslocamentos e deformações vertical e horizontal referentes a uma imagem capturada no final do ensaio, referente ao ponto destacado com um asterisco vermelho (*) na Figura 4.13 (b), com um carregamento aplicado de ≈ -415 N.

Os campos de deslocamentos e deformações vertical e horizontal são apresentados na Figura 4.16. Os mesmos referem-se à imagem número 05, capturada no início do ensaio (ver Figura 4.13 (b) com destaque para o marcador (*), com uma força aplicada de ≈ -415 N.

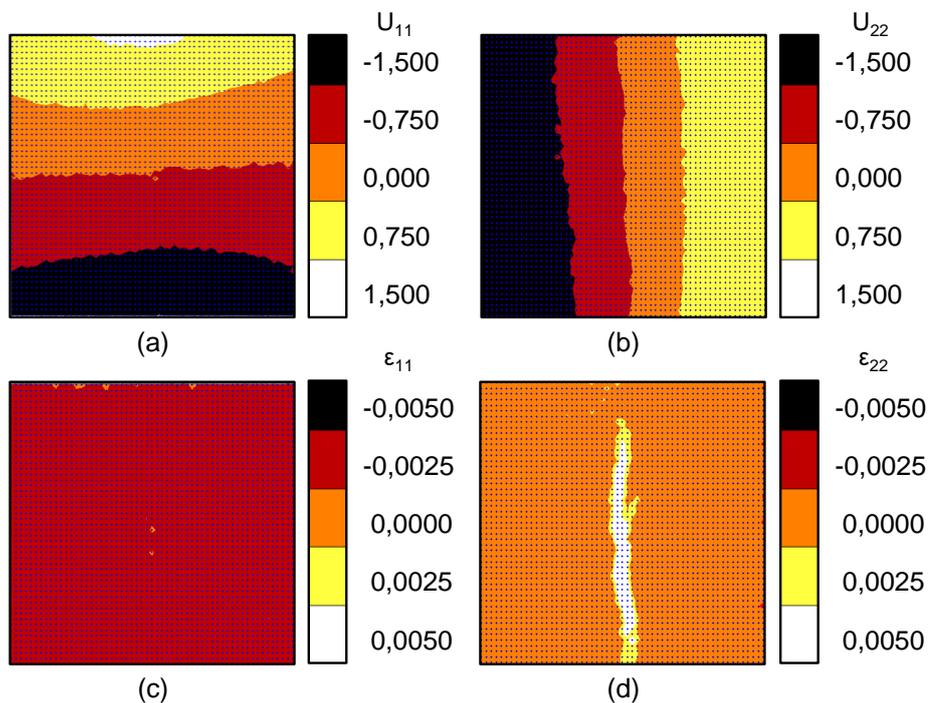


Figura 4.16 Campos obtidos pela técnica de CID (imagem 25) em ensaio de compressão diametral de um CDP compactado com pressão de 40 MPa (CDP br-40-01) e submetido a uma força de ≈ -415 N: (a) deslocamentos na direção vertical (U_{11}); (b) deslocamentos na direção horizontal (U_{22}); (c) deformação na direção vertical (ε_{11}) e (d) deformação na direção horizontal (ε_{22}).

Identificação do limite elástico e da tensão de escoamento

Determinaram-se o limite elástico e a tensão de escoamento do material a partir do fenômeno da dilatância, conforme descrito na Seção 3.2, utilizando-se o valor mínimo de ε_{vol} durante o ensaio de compressão diametral (br). Os valores da tensão de escoamento, q_{cs}^{esc} , são mostrados na Tabela 4.6.

Tabela 4.6 Valores da tensão de von Mises identificados graficamente segundo o critério da dilatância (q_{br}^{esc}).

P [MPa]	CDP	Tensão de escoamento de von Mises (q_{br}^{esc}) [MPa]
20	br-20-01	0,7
40	br-40-01	1,5
100	br-100-01	-
200	br-200-01	3

Para o ensaio realizado no CDP br-100-01 não foi possível identificar os parâmetros pelo critério da dilatância, pois as curvas obtidas apresentaram muito ruído.

4.3.3 Identificação dos parâmetros da superfície F_s do modelo DPC

Na Tabela 4.7 são apresentados, para cada nível de compactação, os valores de q^{esc} obtidos nos ensaios de CS e BR. São apresentados também os valores da tensão normal média, p , referentes aos valores de q^{esc} e de q^{rup} .

Tabela 4.7 Valores de q^{esc} e p para cada nível de pressão de compactação.

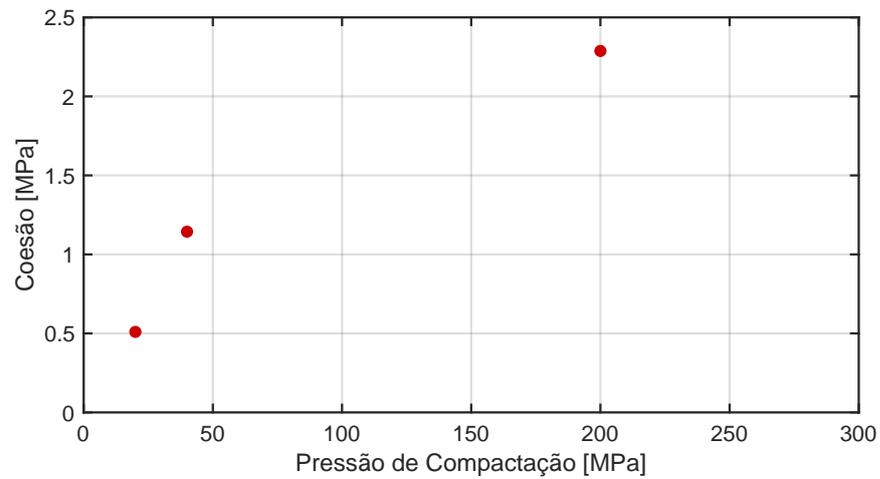
Ensaio	CS		BR	
	q_{cs}^{esc} [MPa]	p [MPa]	q_{br}^{esc} [MPa]	p [MPa]
20	1	0,33	0,7	0,13
40	2	0,67	1,5	0,28
100	2,5	0,83	-	-
200	4	1,33	3	0,55

A partir das tensões limites de escoamento identificadas, foi possível a identificação dos parâmetros d e β da superfície de Drucker-Prager para os níveis de compactação estudados (Equação 2.11), apresentados na Tabela 4.8.

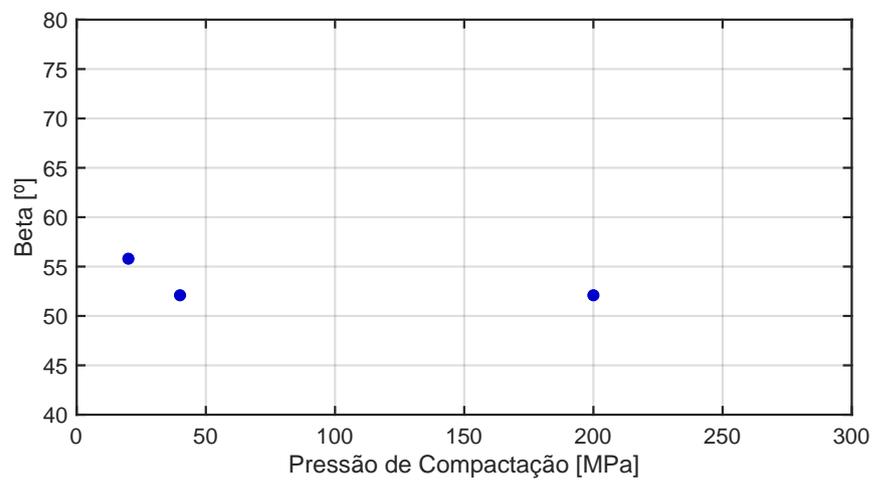
Tabela 4.8 Valores de β e d identificados segundo o critério de escoamento (dilatância) a partir de ensaios de CS e BR.

Pressão de compactação [MPa]	β [°]	d [MPa]
20	55,80	0,51
40	52,10	1,14
100	-	-
200	52,10	2,29

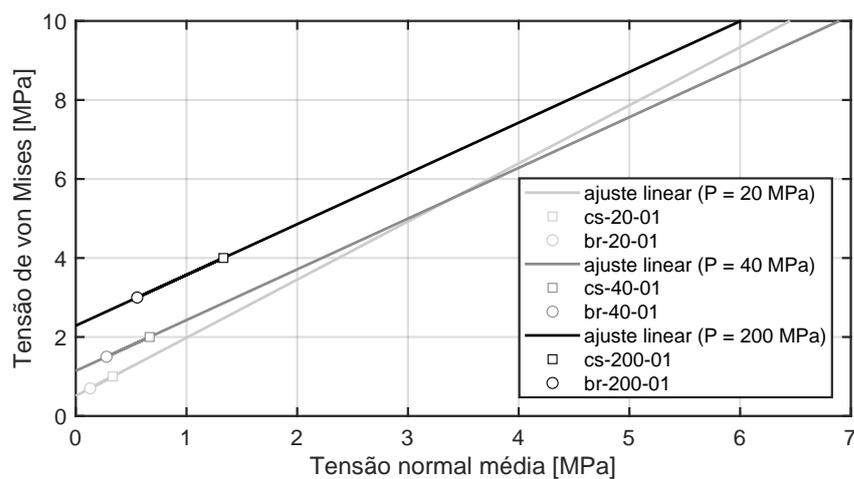
As evoluções dos parâmetros d e β com o nível de pressão de compactação são mostradas nas Figuras 4.17 (a) e (b), respectivamente. Nota-se que os valores de d são dependentes do nível de compactação e tendem a se estabilizar a medida em que o nível de compactação é aumentado. Diferente de d , os valores de β mostraram-se praticamente constantes em função da pressão de compactação. Na Figura 4.17 (c) são mostradas as superfícies F_s para os níveis de compactação estudados, as curvas foram obtidas por meio de ajuste linear entre os estados limite de tensão obtidos via compressão simples e diametral.



(a)



(b)



(c)

Figura 4.17 (a) Evolução da coesão (d) com o aumento da pressão de compactação; (b) Evolução do ângulo de atrito interno (β) com o aumento da pressão de compactação e (c) Evolução da superfície (F_s) com o aumento da pressão de compactação.

4.3.4 Avaliação dos parâmetros obtidos experimentalmente

Os principais parâmetros elasto-plásticos determinados experimentalmente neste trabalho para alumina atomizada em diferentes níveis de compactação são apresentados na Tabela 4.9.

Tabela 4.9 Valores de β e d identificados segundo o critério de escoamento (dilatância) a partir de ensaios de CS e BR.

P [MPa]	CS		CS + BR	
	E [GPa]	ν	β [°]	d [MPa]
20	1,14	0,48	55,80	0,51
40	1,33	0,30	52,10	1,14
100	2,01	0,40	-	-
200	2,66	0,13	52,10	2,29

Com o objetivo de avaliar os parâmetros obtidos experimentalmente, realizaram-se dois procedimentos de validação conforme descrito na Seção 3.2 (Figura 3.8, p. 42). Os procedimentos de validação apresentados nesta Seção foram extraídos do trabalho de Melo et al. [39]. Foram realizados dois ensaios mecânicos: uma prensagem uniaxial feita com o auxílio de uma matriz instrumentada com sensores de pressão nos pistões inferior e superior e, após extração do compacto, duas re-prensagens isostáticas sequenciais com pressões de 25 e 200 MPa, resultando ambas em um compacto com geometria similar à de um tronco de cone devido ao gradiente de densidade induzido na etapa de prensagem uniaxial.

Os resultados obtidos nos experimentos (tensões normais medidas via sensores de pressão e geometria final do compacto) foram comparados com resultados obtidos por meio de um modelo numérico e, por fim, com o auxílio de uma rotina automatizada, encontrou-se o conjunto de parâmetros para o modelo constitutivo DPC capaz de minimizar a diferença entre dados experimentais e numéricos (análise inversa). Os parâmetros encontrados por Melo et al. [39] são mostrados na Tabela 4.10.

Os resultados extraídos do trabalho de Melo et al. [39] (Tabela 4.10) são referentes a uma única condição de compactação (200 MPa) e foram obtidos por

Tabela 4.10 Parâmetros elásticos calibrados por Montilha et al. [58] e principais parâmetros do modelo DPC calibrados por Melo et al. [39] via análise inversa.

Elásticos		DPC	
E [GPa]	ν	d [MPa]	β
2,7	0,13	3,25	55°

meio de análise inversa e métodos numéricos. No presente trabalho, determinou-se a evolução dos parâmetros elasto-plásticos da alumina atomizada em diferentes níveis de compactação, por meio de ensaios mecânicos, conforme mostrado na Tabela 4.9. A proximidade entre os resultados obtidos em ambas as rotas de calibração (análise numérica e experimental) corrobora a hipótese adotada neste trabalho de que o escoamento plástico de compactos verdes ocorre de forma concomitante ao fenômeno da dilatação.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho, verificou-se que a identificação do fenômeno da dilatância, para compactos cerâmicos verdes, não é uma tarefa simples, pois as tensões e deformações críticas do material ocorrem em níveis próximos aos limites de precisão das técnicas de ensaio utilizadas. A técnica de CID mostrou-se de grande valor na análise dos resultados, pois, aumenta consideravelmente a quantidade e a qualidade dos dados obtidos nos ensaios mecânicos, viabilizando as análises apresentadas neste trabalho.

A metodologia proposta possibilitou identificar a evolução dos parâmetros da superfície F_s do modelo de Drucker-Prager/*Cap* presente no *software* de elementos finitos comercial AbaqusTM, mais a curva de encruamento da superfície *cap*. Para isso, foram necessários poucos ensaios mecânicos, sendo estes o de compressão simples e o de compressão diametral, além da medição das densidades dos corpos de prova utilizados.

A calibração experimental apresentou boa concordância com dados obtidos da literatura para a calibração numérica do modelo de Drucker-Prager/*Cap*, corroborando a hipótese de associar o limite de escoamento de compactos verdes ao fenômeno da dilatância.

6 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Como sugestões para trabalhos futuros, podem-se enumerar:

1. Utilização da metodologia proposta neste trabalho para identificação da evolução dos parâmetros elasto-plásticos em outros níveis de compactação para o material em estudo;
2. Aprimorar a técnica de fabricação dos CDPs de compressão diametral, com o objetivo de aumentar a precisão dos resultados obtidos nos ensaios mecânicos;
3. Realizar ensaios mecânicos com outros trajetos de carregamentos, por exemplo: ensaios de torção e de tração. A fim de verificar e/ou aumentar a precisão na identificação da superfície F_s ;
4. Desenvolver dispositivos de ensaios mecânicos instrumentados, com o objetivo de viabilizar a realização de ensaios oedométricos que permitirão a identificação de todos os parâmetros do modelo de Drucker-Prager/*Cap* implementado no AbaqusTM;
5. Aplicar o modelo elasto-plástico calibrado em uma simulação numérica com contexto industrial.

7 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1 GERMAN, R. M. *Powder metallurgy & particulate materials processing*. [S.l.]: Metal powder industries federation Princeton, NJ, 2005. v. 105.
- 2 LEE, S. C.; KIM, K. T. Densification behavior of aluminum alloy powder under cold compaction. *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 44, p. 1295–1308, 2002.
- 3 ROCCO, F. O.; MELO, C. C.; MONTILHA, F. S.; SCIUTI, V. F.; CANTO, R. B. On the cold compaction of metal powder: a validation procedure for computational modeling. In: *Tenth International Latin American Conference on Powder Technology (PTECH)*. [S.l.: s.n.], 2015.
- 4 AYDIN, I.; BRISCOE, B. J.; SANLITURK, K. Y. The internal form of compacted ceramic components: A comparison of a finite element modelling with experiment. *Powder Technology*, v. 89, n. 3, p. 239–254, DEC 1996. ISSN 0032-5910.
- 5 REYNOLDS, O. On the dilatancy of media composed of rigid particles in contact. *Philosophical magazine and Journal of Science*, v. 20, p. 469–481, 1885.
- 6 DIETER, G. E. *Mechanical metallurgy*. [S.l.]: McGraw-Hill New York, 1976. v. 3.
- 7 ROCCO, F. O. *Calibração do modelo de Drucker-Prager/Cap para simulação numérica do processo de prensagem a frio de pós metálicos*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos, 2015.
- 8 DASSAULT SYSTÈMES SIMULIA CORP. *Abaqus 6.14 Documentation*. Providence, RI, USA., 2014.
- 9 SINHA, T.; CURTIS, J. S.; HANCOCK, B. C.; WASSGREN, C. A study on the sensitivity of drucker–prager cap model parameters during the decompression phase of powder compaction simulations. *Powder Technology*, Elsevier, v. 198, n. 3, p. 315–324, 2010.
- 10 BESNARD, G.; HILD, F.; ROUX, S. “Finite-Element” displacement fields analysis from digital images: Application to Portevin-Le Chatelier bands. *Experimental Mechanics*, v. 46, n. 6, p. 789–803, DEC 2006. ISSN 0014-4851.
- 11 HILD, F.; ROUX, S. *CORRELI-Q4: A software for Finite-Element displacement Field measurements by digital image correlation*. LMT-Cachan. [S.l.], 2008.

- 12 ZHANG, B.; JAIN, M.; ZHAO, C.; BRUHIS, M.; LAWCOCK, R.; LY, K. Experimental calibration of density-dependent modified drucker-prager/cap model using an instrumented cubic die for powder compact. *Powder Technology*, Elsevier, v. 204, n. 1, p. 27–41, 2010.
- 13 MICHRAFY, A.; DODDS, J. A.; KADIRI, M. S. Wall friction in the compaction of pharmaceutical powders: measurement and effect on the density distribution. *Powder technology*, Elsevier, v. 148, n. 1, p. 53–55, 2004.
- 14 SHIN, H.; KIM, J.-B. A numerical investigation on determining the failure strength of a powder compact in unconfined compression testing by considering the compressible character of the specimen. *Powder Technology*, v. 277, p. 156–162, 2015. ISSN 0032-5910.
- 15 SINKA, I. C.; COCKS, A. C. F. Constitutive modelling of powder compaction - ii. evaluation of material data. *Mechanics of Materials*, v. 39, p. 404–416, 2007.
- 16 SHANG, C.; SINKA, I.; PAN, J. Constitutive model calibration for powder compaction using instrumented die testing. *Experimental Mechanics*, Springer, v. 52, n. 7, p. 903–916, 2012.
- 17 STUPKIEWICZ, S.; PICCOLROAZ, A.; BIGONI, D. Elastoplastic coupling to model cold ceramic powder compaction. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 34, n. 11, p. 2839–2848, 2014.
- 18 KIM, K.; KWON, Y.; KIM, H. Near-net-shape forming of alumina powder under hot pressing and hot isostatic pressing. *International Journal of Mechanical Sciences*, Elsevier, v. 39, n. 9, p. 1011–1022, 1997.
- 19 CANTO, R. B.; TITA, V.; CARVALHO, J.; PURQUERIO, B. M. Finite element simulation of ceramic powder isostatic pressing process using material parameters for uniaxial compaction. *Materials Science Forum*, v. 561-566, p. 416–418, 2003.
- 20 CORRE, V. L.; BRUSSELLE-DUPEND, N.; MOREAUD, M. Numerical modeling of the effective ductile damage of macroporous alumina. *Mechanics of Materials*, v. 114, p. 161–171, 2017.
- 21 REITERER, M.; KRAFT, T.; JANOSOVITS, U.; RIEDEL, H. Finite element simulation of cold isostatic pressing and sintering of SiC components. *Ceramics International*, v. 30, p. 177–183, 2004.
- 22 WAGLE, G. *Die Compaction Simulation: Simplifying the application of a complex constitutive model using numerical and physical experiments*. Tese (Doutorado) — The Pennsylvania State University, 2006.
- 23 LU, C. *Determination of Cap Model Parameters using Numerical Optimization Method for Powder Compaction*. Tese (Doutorado) — Marquette University, 2010.

- 24 SHANG, C.; SINKA, I.; PAN, J. Constitutive model calibration for powder compaction using instrumented die testing. *Experimental Mechanics*, Springer, v. 52, n. 7, p. 903–916, 2011.
- 25 CUNNINGHAM, J. C.; SINKA, I. C.; ZAVALIANGOS, A. Analysis of tablet compaction. i. characterization of mechanical behavior of powder and powder/tooling friction. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, v. 93, n. 8, p. 2022–2039, AUG 2004. ISSN 0022-3549.
- 26 HAN, L.; ELLIOTT, J.; BENTHAM, A.; MILLS, A.; AMIDON, G.; HANCOCK, B. A modified drucker-prager cap model for die compaction simulation of pharmaceutical powders. *International Journal of Solids and Structures*, Elsevier, v. 45, n. 10, p. 3088–3106, 2008.
- 27 BROWN, S.; ABOU-CHEDID, G. Yield behavior of metal powder assemblages. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, v. 42, n. 3, p. 383–399, 1994.
- 28 WU, C. Y.; RUDDY, O. M.; BENTHAM, A. C.; HANCOCK, B. C.; BEST, S. M.; ELLIOTT, J. A. Modelling the mechanical behaviour of pharmaceutical powders during compaction. *Powder Technology*, v. 152, n. 1-3, p. 107–117, APR 29 2005.
- 29 FOO, Y.; SHENG, Y.; BRISCOE, B. An experimental and numerical study of the compaction of alumina agglomerates. *International Journal of Solids and Structures*, v. 41, n. 21, p. 5929–5943, OCT 2004.
- 30 MICHRAFY, A.; RINGENBACHER, D.; TCHORELOFF, P. Modelling the compaction behaviour of powders: application to pharmaceutical powders. *Powder Technology*, v. 127, n. 3, p. 257–266, NOV 5 2002.
- 31 WAGLE, G. S.; ENGEL, R. S.; BOLLINA, R.; GERMAN, R. M. Statistical analysis of modified drucker-prager cap model parameters for application to modeling die compaction. In: *Advances in powder metallurgy and particulate materials*. [S.l.: s.n.], 2003.
- 32 CHTOUROU, H.; GUILLOT, M.; GAKWAYA, A. Modeling of the metal powder compaction process using the cap model. part i. experimental material characterization and validation. *International Journal of Solids and Structures*, v. 39, n. 4, p. 1059 – 1075, 2002. ISSN 0020-7683. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6VJS-44HYDG3-C/2/09ac18e19b33708df75e486562b687ed>>.
- 33 CARNAVAS, P. C.; PAGE, N. W. Elastic properties of compacted metal powders. *Journal of Materials Science*, v. 33, n. 18, p. 4647–4655, SEP 15 1998. ISSN 0022-2461.
- 34 ZEUCH, D. H.; GRAZIER, J. M.; ARGÜELLO, J. G.; EWSUK, K. G. Mechanical properties and shear failure surfaces for two alumina powders in

triaxial compression. *Journal of Materials Science*, Springer, v. 36, n. 12, p. 2911–2924, 2001.

35 ZIPSE, H. Finite-element simulation of the die pressing and sintering of a ceramic component. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 17, n. 14, p. 1707–1713, 1997.

36 HENDERSON, R. J.; CHANDLER, H. W.; AKISANYA, A. R.; BARBER, H.; MORIARTY, B. Finite element modelling of cold isostatic pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 20, n. 8, p. 1121–1128, JUL 2000. ISSN 0955-2219.

37 GRUBER, D.; HARMUTH, H. Simulation of moulding of refractory bricks. *Advances in Science and Technology*, v. 70, p. 167–172, 2010.

38 GRUBER, D.; HARMUTH, H.; MICHELITSCH, A. Simulation of moulding – influencing factors and results for collector nozzels. In: _____. *Refractories for Metallurgy*. [S.l.: s.n.], 2012. p. 112–115.

39 MELO, C.; MORAES, A.; ROCCO, F.; MONTILHA, F.; CANTO, R. A validation procedure for numerical models of ceramic powder pressing. *Journal of the European Ceramic Society*, 2018. ISSN 0955-2219. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0955221918300098>>.

40 AYDIN, I.; BRISCOE, B.; SANLITURK, K. Dimensional variation of die-pressed ceramic green compacts: comparison of a finite element modelling with experiment. *Journal of the European Ceramic Society*, Elsevier, v. 17, n. 10, p. 1201–1212, 1997.

41 SHIN, H.; KIM, J.-B. A simulation-based determination of cap parameters of the modified drucker–prager cap model by considering specimen barreling during conventional triaxial testing. *Computational Materials Science*, v. 100, n. Part A, p. 31 – 38.

42 (LSTC), L. S. T. C. *LS-DYNA keyword user's manual*. Mater. Models, vol. II, 2012.

43 SCHWER, L. E.; MURRAY, Y. D. Continuous surface cap model for geomaterial modeling: a new ls-dyna material type. In: *7th Int. LS-DYNA User's Conference*. [S.l.: s.n.], 2009. p. 16–35.

44 SINKA, I. C.; CUNNINGHAM, J. C.; ZAVALIANGOS, A. The effect of wall friction in the compaction of pharmaceutical tablets with curved faces: a validation study of the drucker-prager cap model. *Powder Technology*, v. 133, p. 33–43, 2003.

45 GARNER, S.; STRONG, J.; ZAVALIANGOS, A. The extrapolation of the drucker–prager/cap material parameters to low and high relative densities. *Powder technology*, Elsevier, v. 283, p. 210–226, 2015.

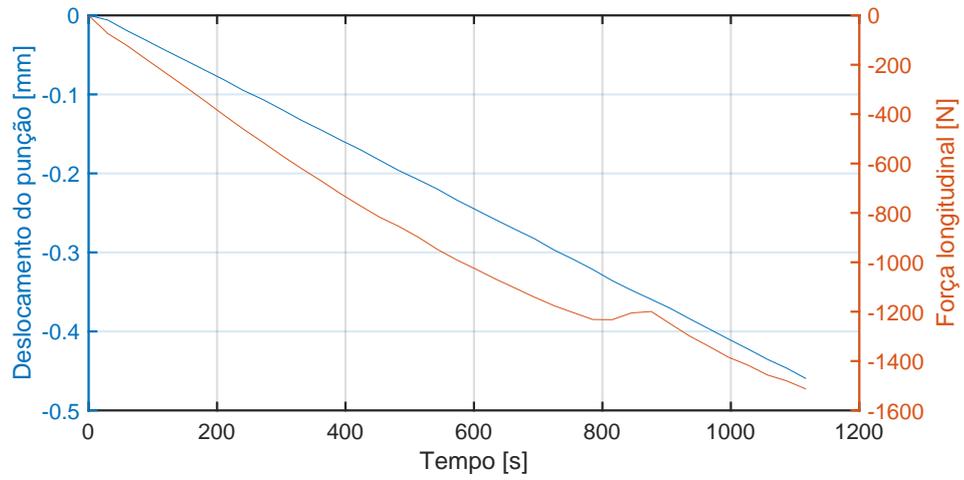
- 46 PEREZ-GANDARILLAS, L.; MAZOR, A.; LECOQ, O.; MICHRAFY, A. Compaction properties of dry granulated powders based on drucker–prager cap model. *Powder Technology*, Elsevier, v. 337, p. 43–50, 2018.
- 47 DIARRA, H.; MAZEL, V.; BUSIGNIES, V.; TCHORELOFF, P. Fem simulation of the die compaction of pharmaceutical products: Influence of visco-elastic phenomena and comparison with experiments. *International journal of pharmaceutics*, Elsevier, v. 453, n. 2, p. 389–394, 2013.
- 48 DIARRA, H.; MAZEL, V.; BUSIGNIES, V.; TCHORELOFF, P. Comparative study between drucker-prager/cap and modified cam-clay models for the numerical simulation of die compaction of pharmaceutical powders. *Powder technology*, Elsevier, v. 320, p. 530–539, 2017.
- 49 DIARRA, H.; MAZEL, V.; BUSIGNIES, V.; TCHORELOFF, P. Sensitivity of elastic parameters during the numerical simulation of pharmaceutical die compaction process with drucker-prager/cap model. *Powder Technology*, Elsevier, v. 332, p. 150–157, 2018.
- 50 FALGON, D.; VIDAL-SALLÉ, E.; BOYER, J.-C.; PECZALSKI, R.; ANDRIEU, J. Identification procedure of a hardening law for powder compaction. *Powder Technology*, v. 157, n. 1-3, p. 183 – 190, 2005. ISSN 0032-5910. 4th French Meeting on Powder Science and Technology. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/B6TH9-4GG2J9K-7/2/7afc2d247b9d57676216d80aab12e0b5>>.
- 51 SHIMA, S.; MIMURA, K. Densification behaviour of ceramic powder volume 28, issue 1, , 1986, pages 53-59. *International Journal of Mechanical Sciences*, v. 28, n. 1, p. 53–59, 1986.
- 52 BORTZMEYER, D. Modelling ceramic powder compaction. *Powder Technology*, v. 70, n. 2, p. 131 – 139, 1992. ISSN 0032-5910. Disponível em: <<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0032591092850403>>.
- 53 PARK, H.; KIM, K. Consolidation behavior of sic powder under cold compaction. *Materials Science and Engineering: A*, Elsevier, v. 299, n. 1, p. 116–124, 2001.
- 54 HENDERSON, R. J.; CHANDLER, H. W.; AKISANYA, A. R.; MORIARTY, B. Bag design in isostatic pressing. *Materials & Design*, Elsevier, v. 21, n. 4, p. 259–262, 2000.
- 55 SONG, J. H.; CHANDLER, H. W. The determination of some compaction properties of ceramic powders using a simple cylindrical apparatus. *British Ceramic Transactions and Journal*, v. 89, n. 2, p. 49–52, 1990.
- 56 KADIRI, M.; MICHRAFY, A.; DODDS, J. Pharmaceutical powders compaction: Experimental and numerical analysis of the density distribution. *Powder Technology*, Elsevier, v. 157, n. 1, p. 176–182, 2005.

- 57 RIERA, M. D.; PRADO, J. M.; DOREMUS, P. Modelling of powder die compaction. In: _____. [S.l.]: Springer London, 2008. cap. Model Input Data — Elastic Properties, p. 65–76.
- 58 MONTILHA, F. S.; ROCCO, F. O.; MELO, C. C.; SCIUTI, V. F.; CANTO, R. B. Identification of dilatancy in green compacted ceramic powder via digital image correlation. *Powder Technology (em publicação)*, 2018.
- 59 MONTILHA, F. S.; MELO, C. C.; ROCCO, F. O.; PANDOLFELLI, V. C.; CANTO, R. B. Identificação de parâmetros elásticos de compactos verdes de um material cerâmico sílico-aluminoso para aplicação em simulação computacional. In: *Congresso Brasileiro de Cerâmica - 60º CBC*. Águas de Lindóia: [s.n.], 2016.
- 60 MONTILHA, F. S. *Identificação de um modelo constitutivo para simulação computacional do processo de prensagem a frio de um material refratário sílico-aluminoso*. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal de São Carlos - Brasil, 2016.
- 61 ASTM. *D3967-08 Standard test method for splitting tensile strength of intact rock core specimens*. 2008. West Conshohocken.
- 62 WALSH, J. The effect of cracks on the uniaxial elastic compression of rocks. *Journal of Geophysical Research*, Wiley Online Library, v. 70, n. 2, p. 399–411, 1965.
- 63 SARACURA, R. G. M.; CANTO, R. B.; PANDOLFELLI, V. C.; SCHMITT, N.; HILD, F. Surface crack network detection on MgO-based refractory castable by digital image correlation. *China's Refractories*, v. 24, n. 1, p. 32–37, 2015.
- 64 VARGAS, R.; NEGGERS, J.; CANTO, R. B.; RODRIGUES, J. A.; HILD, F. Analysis of wedge splitting test on refractory castable via integrated DIC. *Journal of the European Ceramic Society*, v. 36, n. 16, p. 4309–4317, 2016. ISSN 0955-2219.

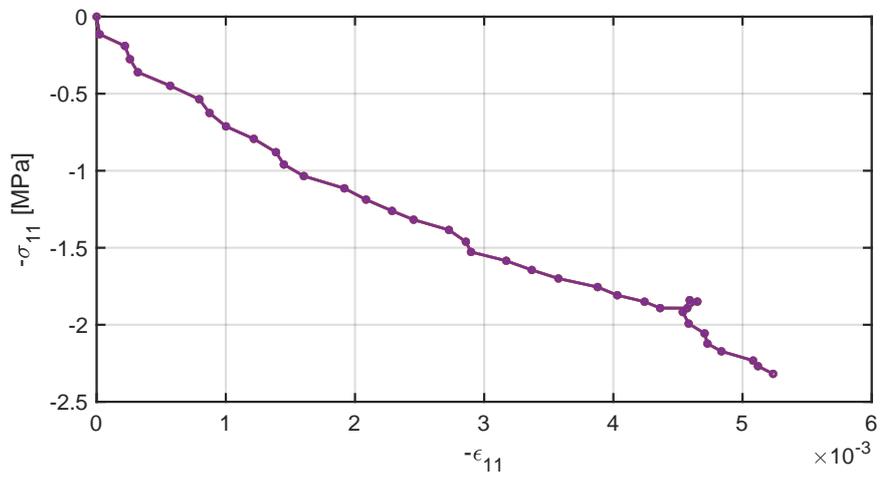
APÊNDICE A

Neste Apêndice são apresentados os resultados dos ensaios de compressão simples que não foram mostrados no Capítulo 4. Os ensaios realizados neste trabalho contaram com o auxílio da técnica de CID, de modo que duas faces paralelas dos CDPs foram analisadas. Os ensaios foram nomeados da seguinte maneira: 'modalidade do ensaio'- 'pressão de compactação'- 'numeração sequencial do ensaio'- 'face analisada', de modo que:

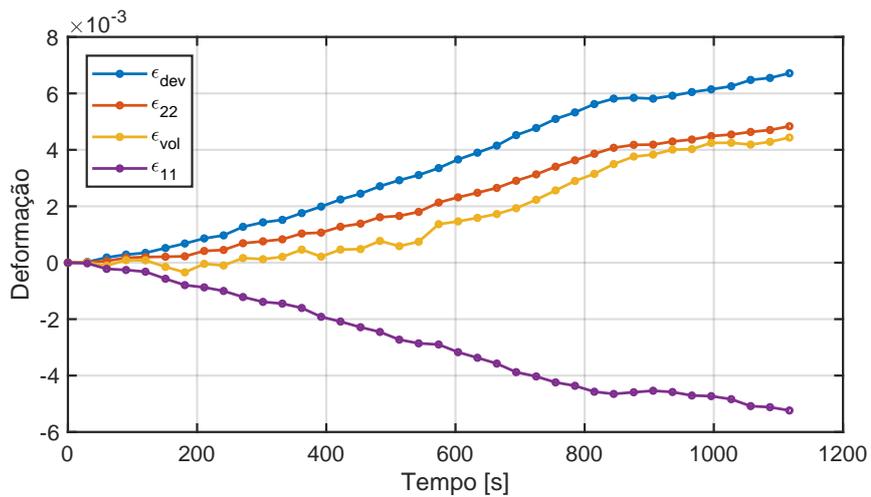
- Modalidade do ensaio: compressões simples (CS) ou compressão diametral (BR). *O sufixo 'c' é usado em ensaios cíclicos;
- Pressão de compactação: os CDPs foram fabricados com pressões de compactação de 20, 40 ou 100 MPa;
- Numeração sequencial: numeração para diferenciar ensaios realizados em condições semelhantes;
- Face analisada: neste trabalho analisaram-se sempre duas faces paralelas dos CDPs em ambas as modalidades de ensaio. Diferenciam-se, portanto, faces 'b' e 'f' - fazendo alusão aos termos *back* e *front*.



(a)

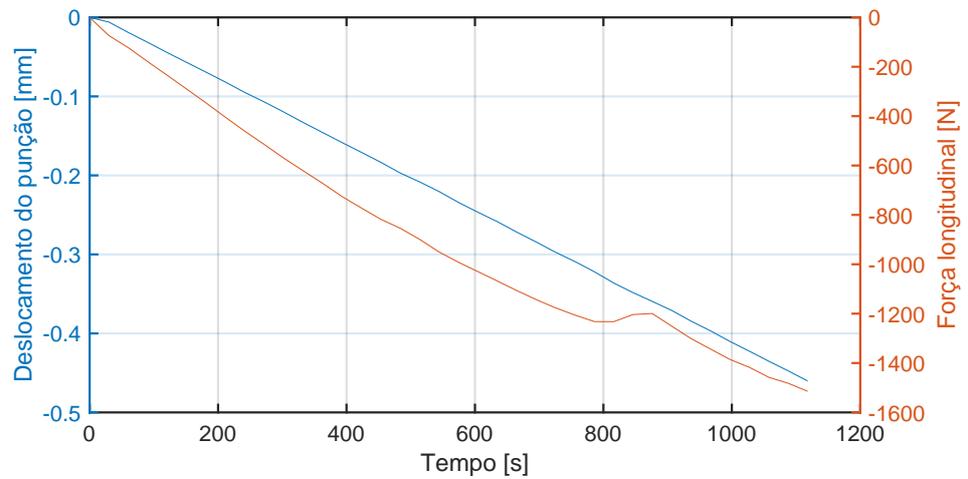


(b)

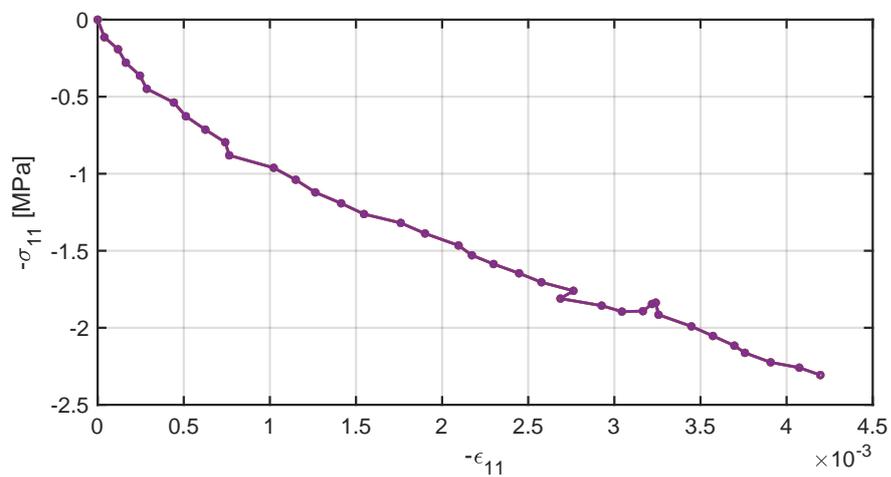


(c)

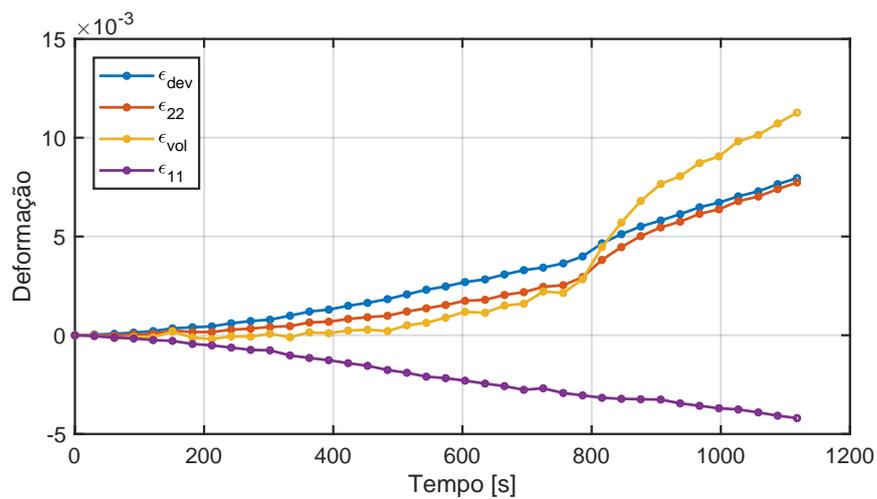
Figura 1 CDP cs-20-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

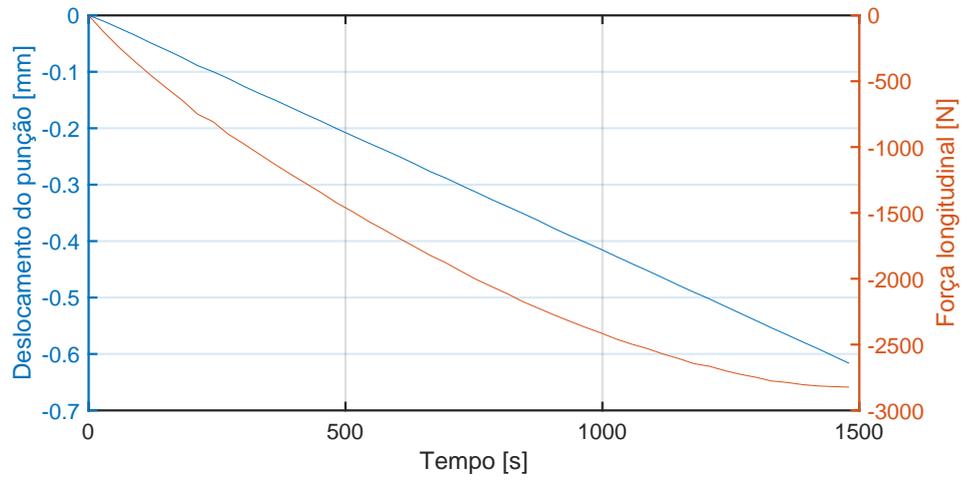


(b)

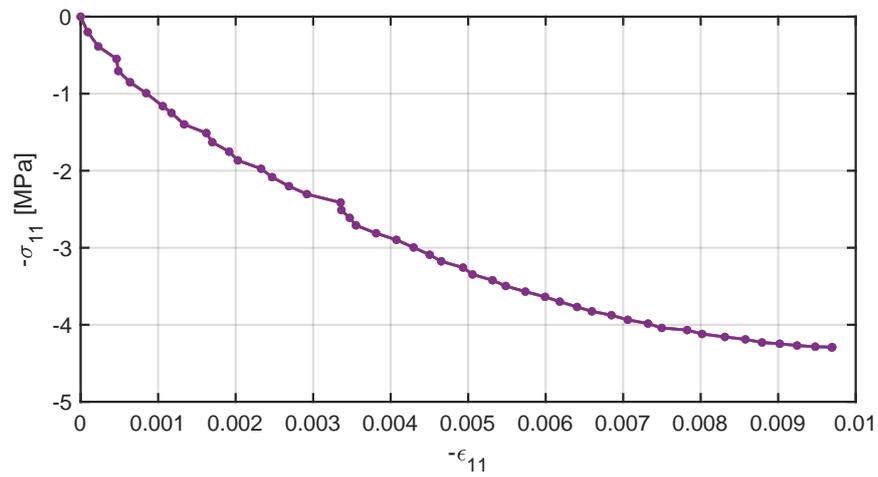


(c)

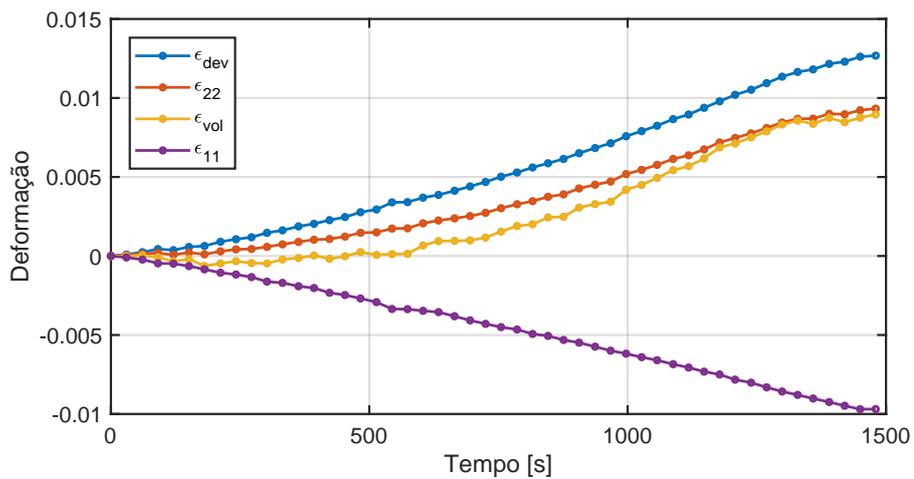
Figura 2 CDP cs-20-01-f: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

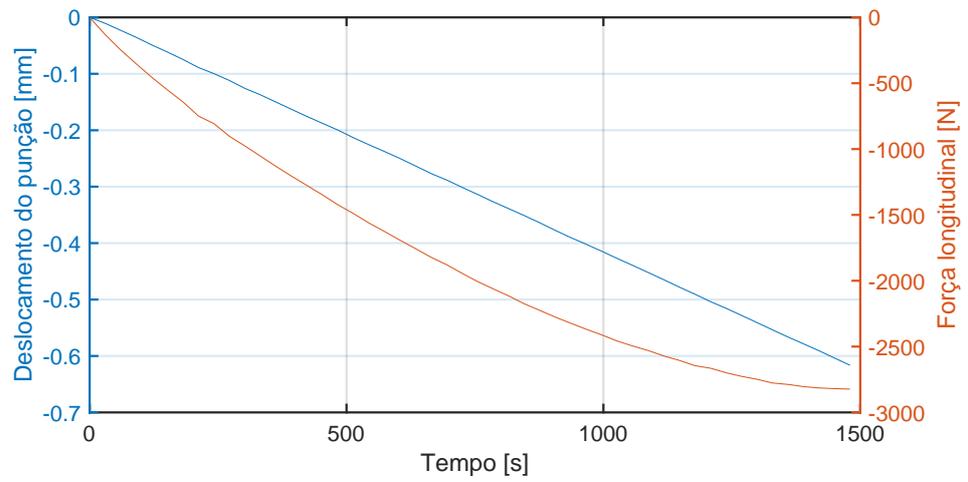


(b)

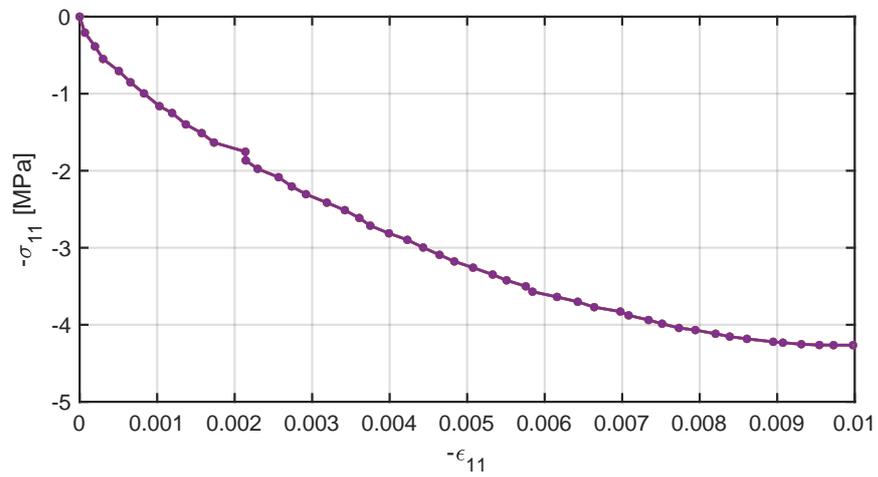


(c)

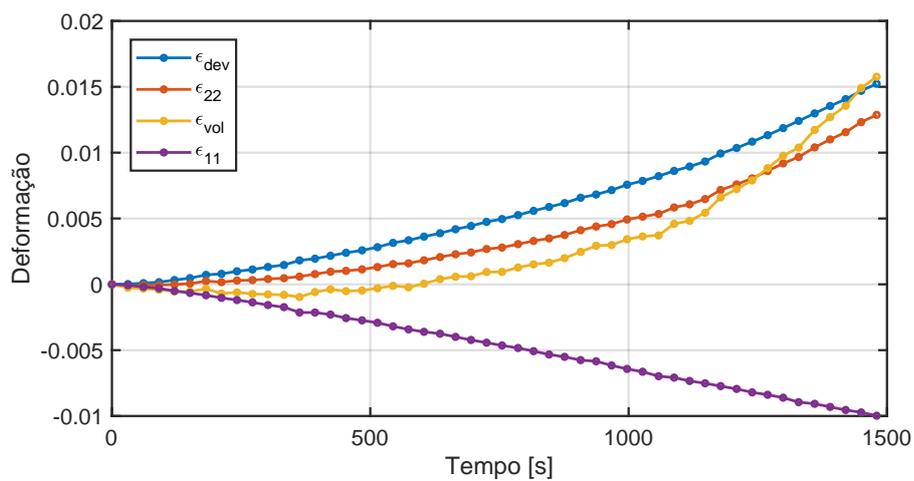
Figura 3 CDP cs-40-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

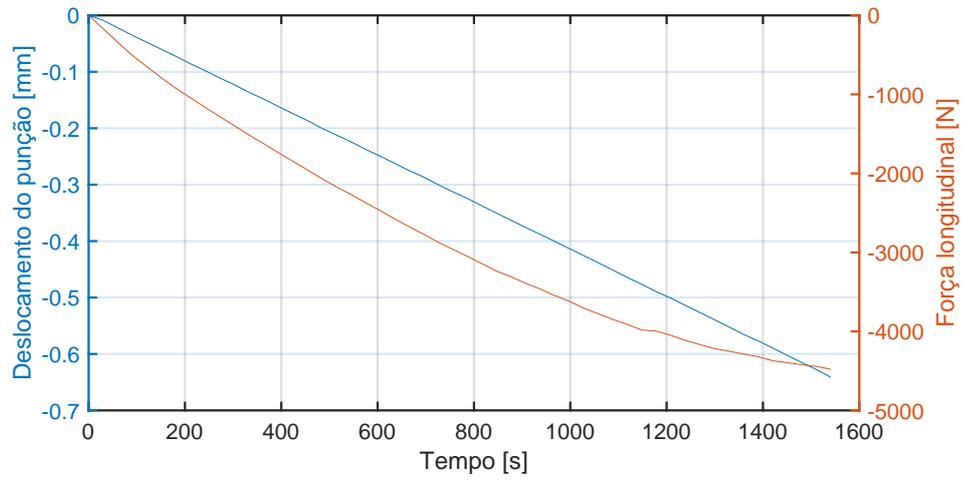


(b)

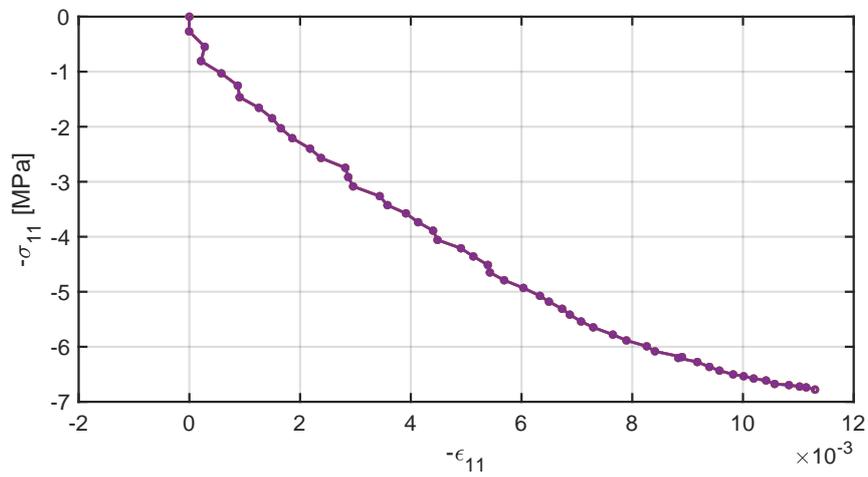


(c)

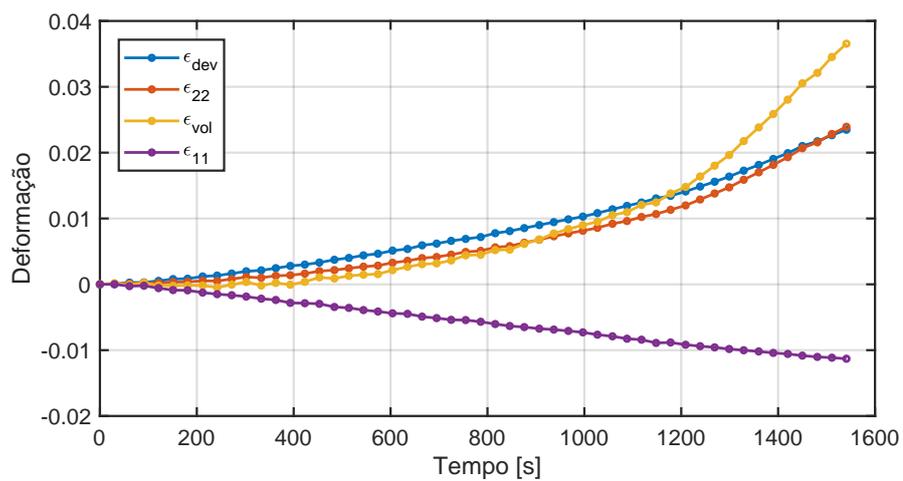
Figura 4 CDP cs-40-01-f: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

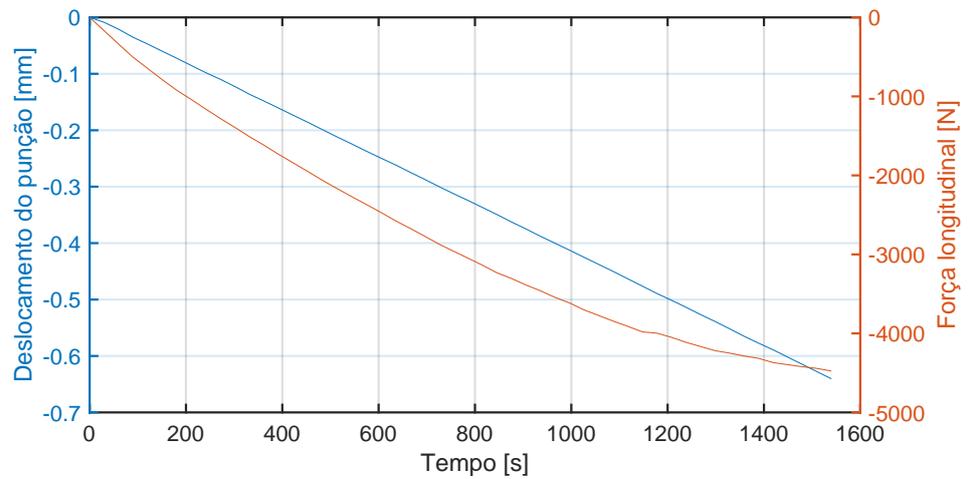


(b)

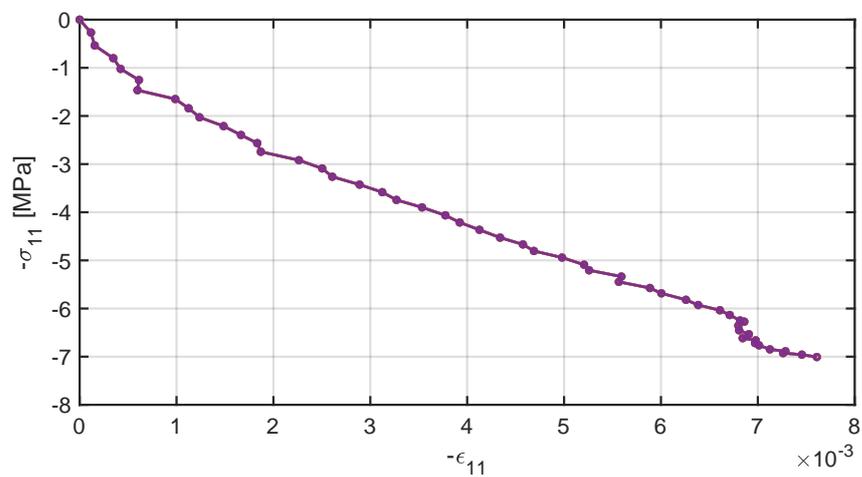


(c)

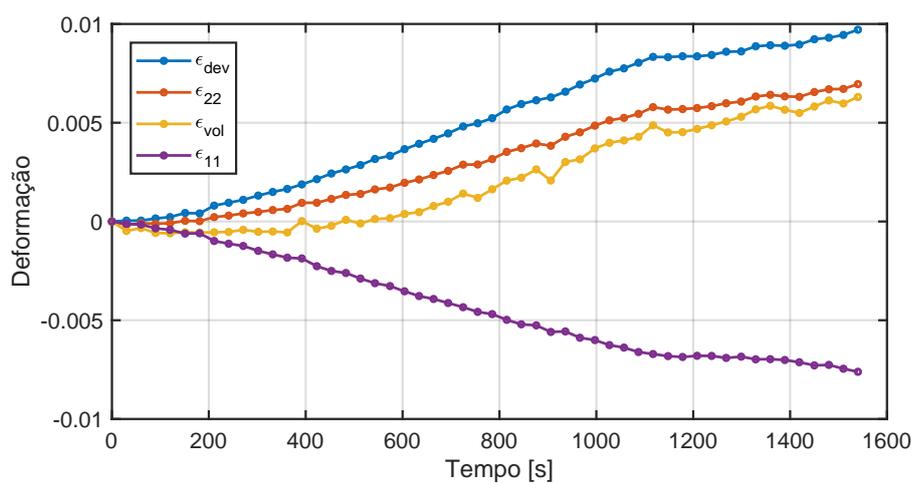
Figura 5 CDP cs-100-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

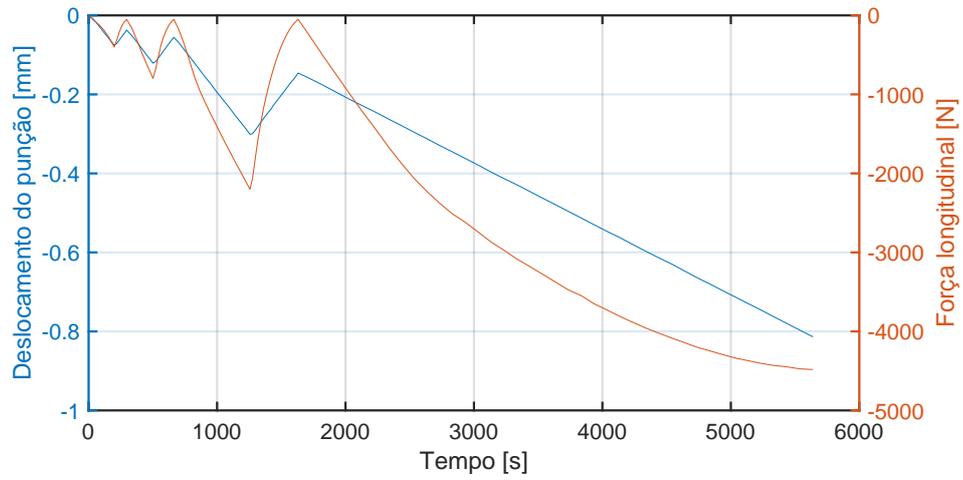


(b)

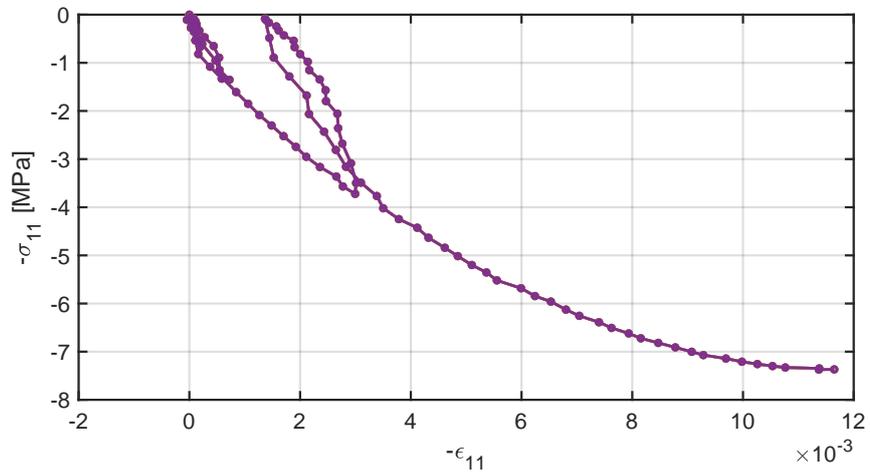


(c)

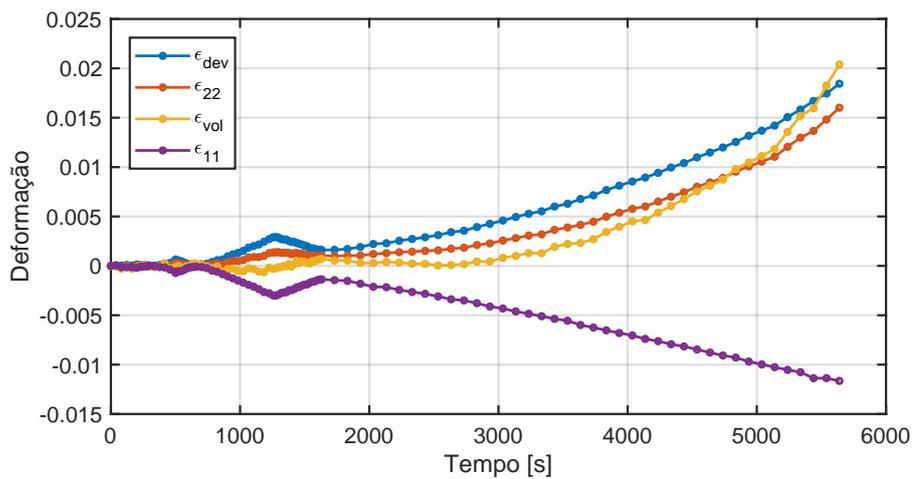
Figura 6 CDP cs-100-01-f: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

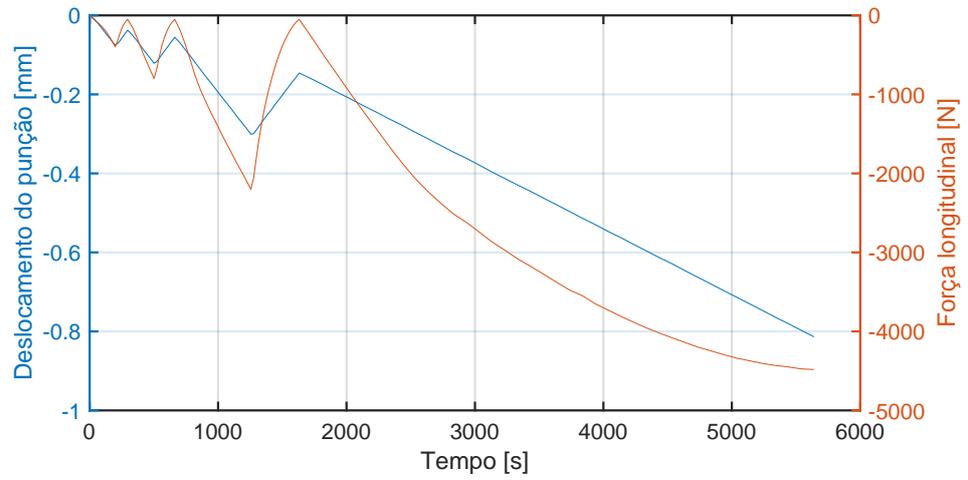


(b)

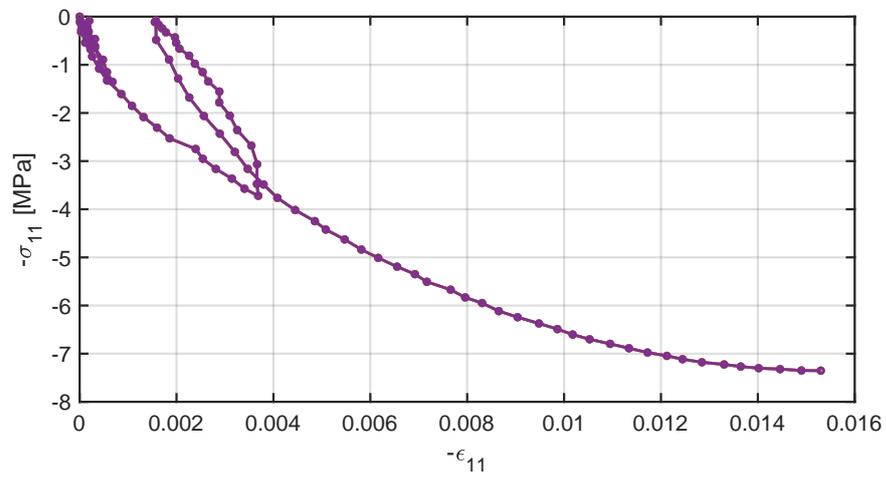


(c)

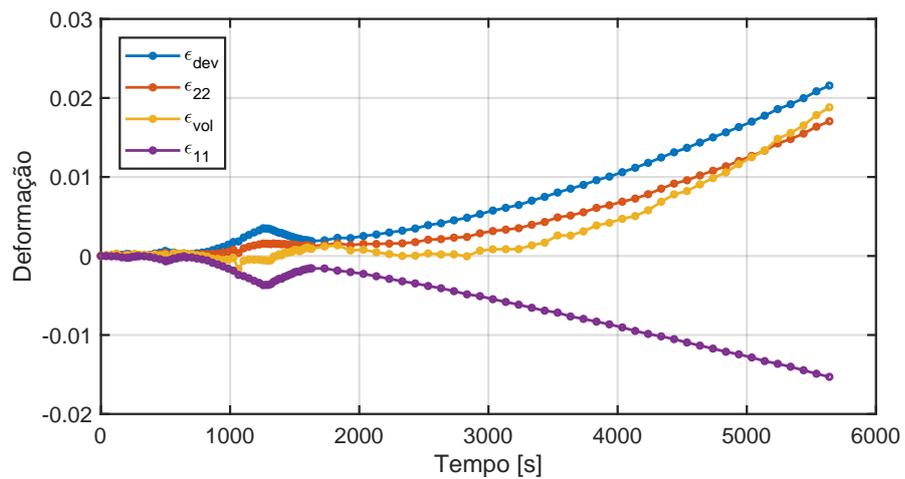
Figura 7 CDP ccs-100-01-b: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)



(b)

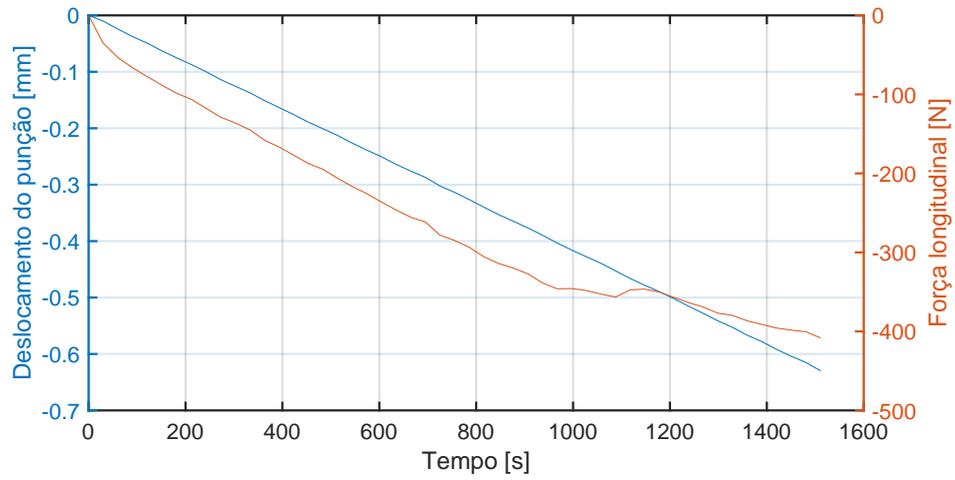


(c)

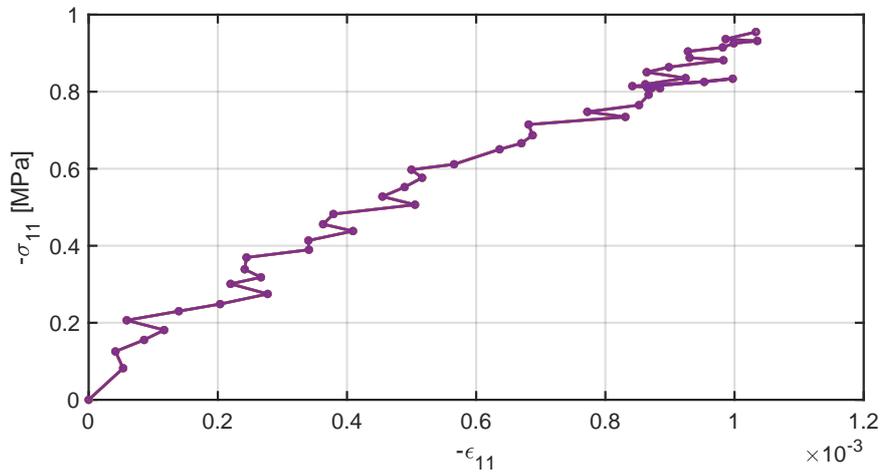
Figura 8 CDP ccs-100-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.

APÊNDICE B

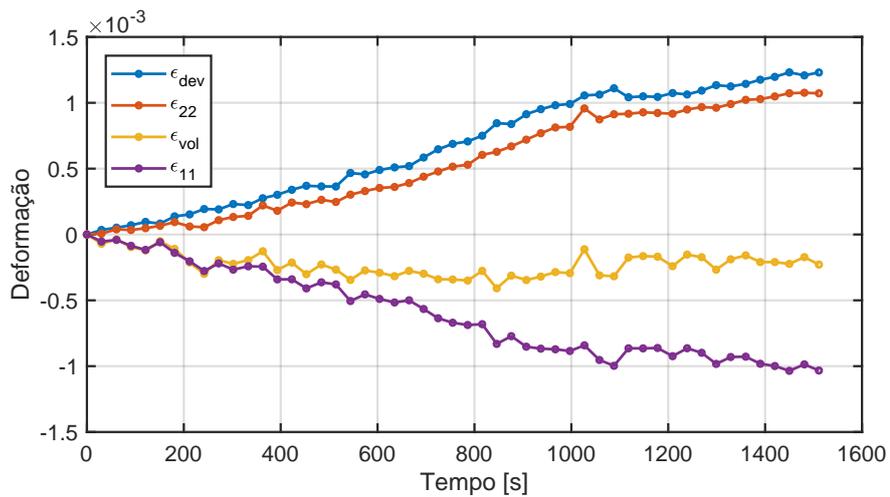
Neste Apêndice são apresentados os resultados dos ensaios de compressão diametral que não foram mostrados no Capítulo 4. Os ensaios foram nomeados de maneira análoga ao estabelecido no Apêndice A.



(a)

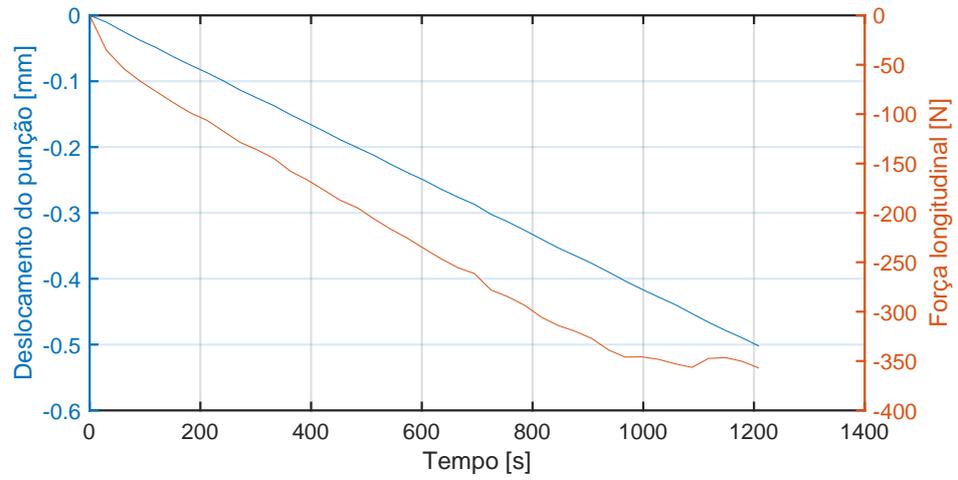


(b)

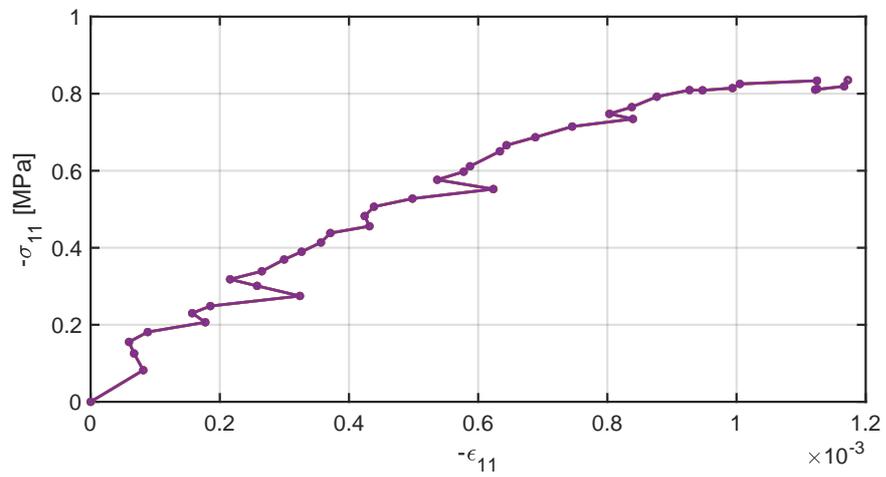


(c)

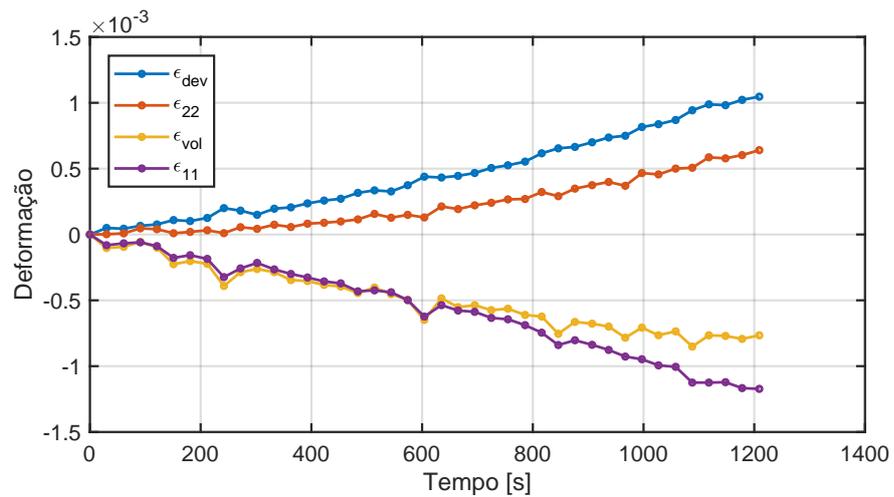
Figura 9 CDP br-20-01-b: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

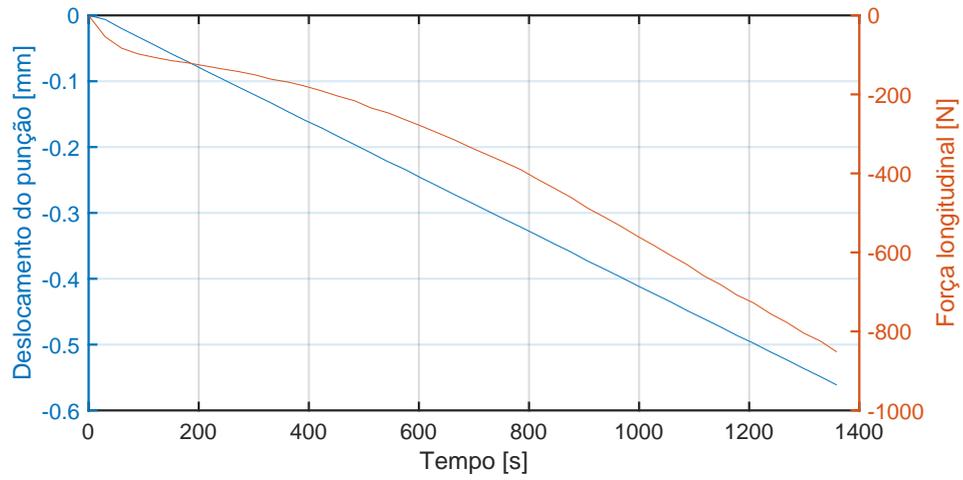


(b)

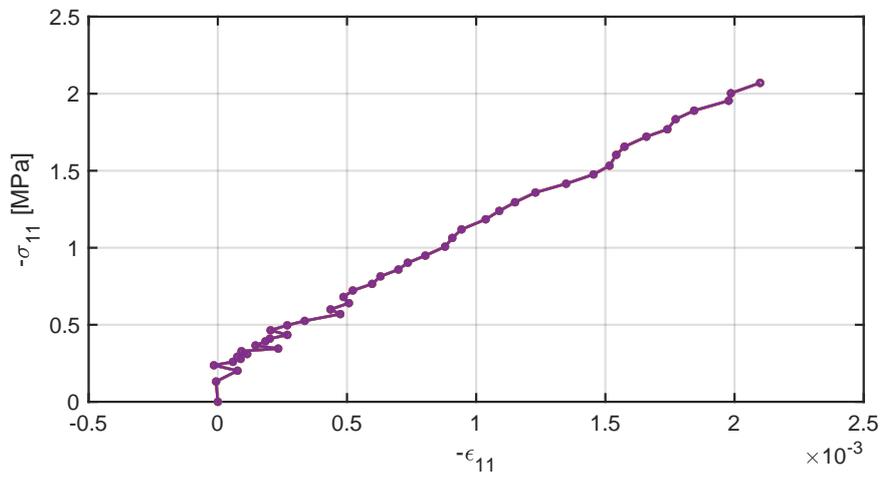


(c)

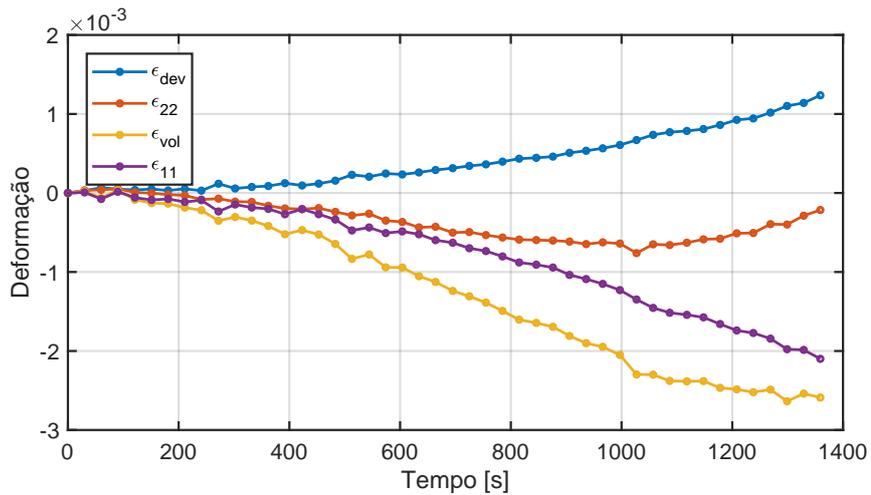
Figura 10 CDP br-20-01-f: (a)Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)

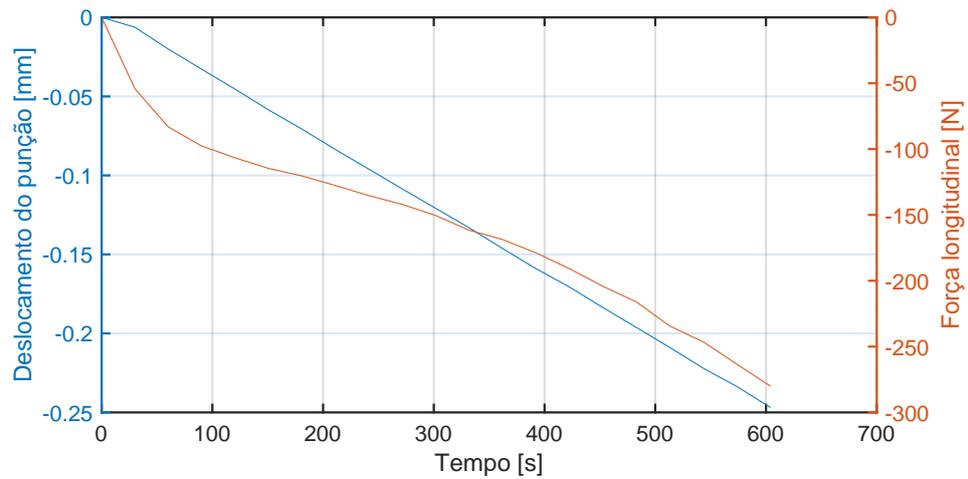


(b)

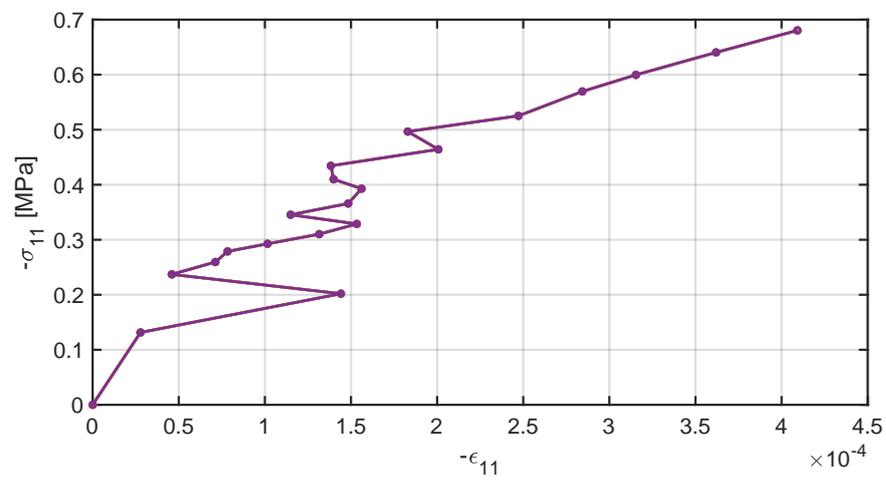


(c)

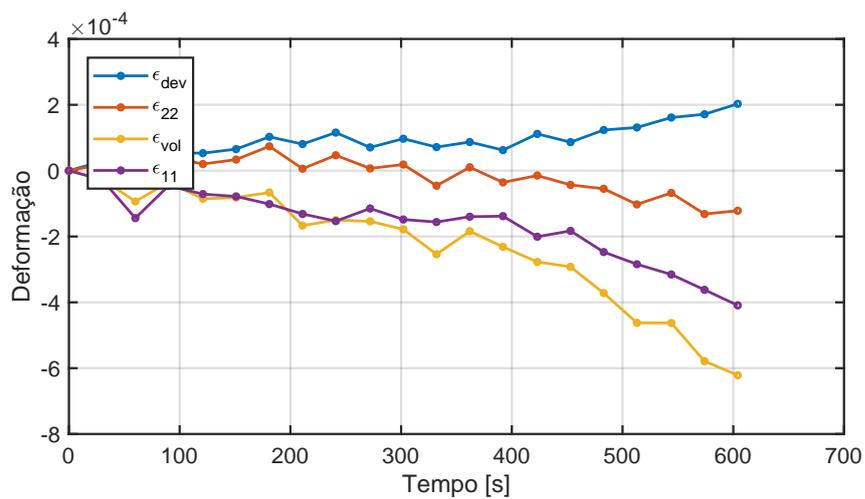
Figura 11 CDP br-100-01-b: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.



(a)



(b)



(c)

Figura 12 CDP br-100-01-f: (a) Ensaio de compressão simples cíclico: deslocamento do atuador e força vs. tempo; (b) tensão vs. deformação e (c) deformações vs. tempo.