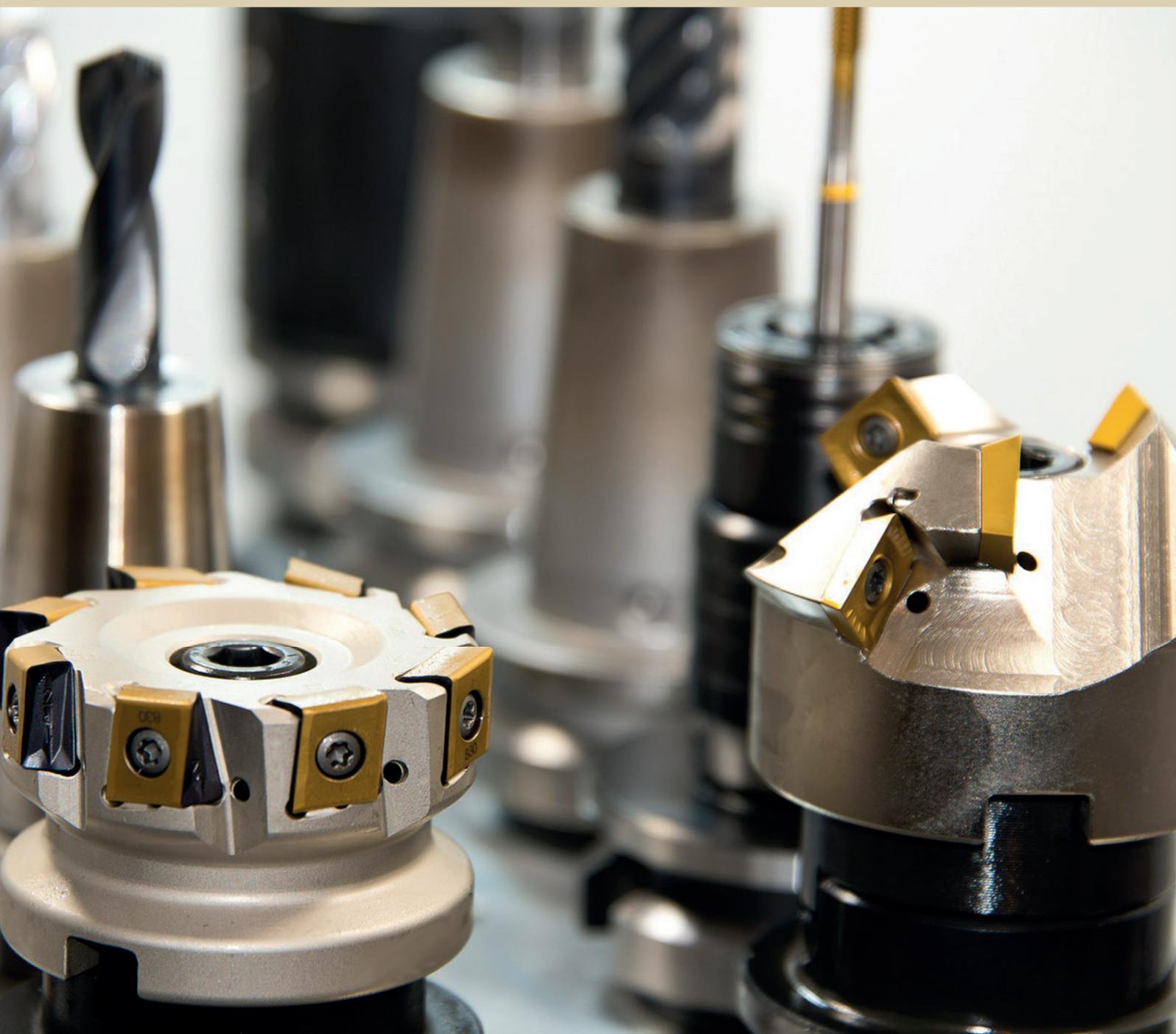


Ciência e Engenharia de Materiais

Marcia Regina Werner Schneider Abdala
(Organizadora)



 **Atena**
Editora

Ano 2018

MARCIA REGINA WERNER SCHNEIDER ABDALA

(Organizadora)

Ciência e Engenharia de Materiais

Atena Editora

2018

2018 by Atena Editora

Copyright © da Atena Editora

Editora Chefe: Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Diagramação e Edição de Arte: Geraldo Alves e Natália Sandrini

Revisão: Os autores

Conselho Editorial

- Prof. Dr. Alan Mario Zuffo – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Álvaro Augusto de Borba Barreto – Universidade Federal de Pelotas
Prof. Dr. Antonio Carlos Frasson – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Antonio Isidro-Filho – Universidade de Brasília
Profª Drª Cristina Gaio – Universidade de Lisboa
Prof. Dr. Constantino Ribeiro de Oliveira Junior – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Daiane Garabeli Trojan – Universidade Norte do Paraná
Prof. Dr. Darllan Collins da Cunha e Silva – Universidade Estadual Paulista
Profª Drª Deusilene Souza Vieira Dall’Acqua – Universidade Federal de Rondônia
Prof. Dr. Eloi Rufato Junior – Universidade Tecnológica Federal do Paraná
Prof. Dr. Fábio Steiner – Universidade Estadual de Mato Grosso do Sul
Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
Prof. Dr. Gilmei Fleck – Universidade Estadual do Oeste do Paraná
Profª Drª Girlene Santos de Souza – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
Profª Drª Ivone Goulart Lopes – Istituto Internazionele delle Figlie de Maria Ausiliatrice
Profª Drª Juliane Sant’Ana Bento – Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Prof. Dr. Julio Candido de Meirelles Junior – Universidade Federal Fluminense
Prof. Dr. Jorge González Aguilera – Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Profª Drª Lina Maria Gonçalves – Universidade Federal do Tocantins
Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte
Profª Drª Paola Andressa Scortegagna – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Profª Drª Raissa Rachel Salustriano da Silva Matos – Universidade Federal do Maranhão
Prof. Dr. Ronilson Freitas de Souza – Universidade do Estado do Pará
Prof. Dr. Takeshy Tachizawa – Faculdade de Campo Limpo Paulista
Prof. Dr. Urandi João Rodrigues Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
Prof. Dr. Valdemar Antonio Paffaro Junior – Universidade Federal de Alfenas
Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande
Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa
Prof. Dr. Willian Douglas Guilherme – Universidade Federal do Tocantins

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) (eDOC BRASIL, Belo Horizonte/MG)

C569 Ciência e engenharia de materiais [recurso eletrônico] / Marcia Regina Werner Schneider Abdala. – Ponta Grossa (PR): Atena Editora, 2018. – (Ciência e Engenharia de Materiais; v. 1)

Formato: PDF

Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader

Modo de acesso: World Wide Web

Inclui bibliografia

ISBN 978-85-85107-62-8

DOI 10.22533/at.ed.628183010

1. Engenharia. 2. Materiais I. Abdala, Marcia Regina Werner Schneider. II. Série.

CDD 620.11

Elaborado por Maurício Amormino Júnior – CRB6/2422

O conteúdo dos artigos e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva dos autores.

2018

Permitido o download da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos aos autores, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

www.atenaeditora.com.br

APRESENTAÇÃO

Você já percebeu a importância dos materiais na sua vida diária? Os materiais estão provavelmente mais imersos na nossa cultura do que a maioria de nós imagina. Diferentes segmentos como habitação, saúde, transportes, segurança, informação/comunicação, vestuário, entre outros, são influenciados em maior ou menor grau pelos materiais.

De fato a utilização dos materiais sempre foi tão importante que os períodos antigos eram denominados de acordo com os materiais utilizados pela sociedade primitiva, como a Idade da Pedra, Idade do Bronze, Idade do Ferro, etc.

A humanidade está em constante evolução, e os materiais não são exceções. Com o avanço da ciência e da tecnologia a cada dia surgem novos materiais com características específicas que permitem aplicações pormenorizadas e inovação nas mais diferentes áreas.

Todos os dias centenas de pesquisadores estão atentos ao desenvolvimento de novos materiais e ao aprimoramento dos existentes de forma a integrá-los em tecnologias de manufatura economicamente eficientes e ecologicamente seguras.

Estamos entrando em uma nova era caracterizada por novos materiais que podem tornar o futuro mais fácil, seguro e sustentável. O campo da Ciência e Engenharia de Materiais aplicada está seguindo por novos caminhos. A iminente escassez de recursos está exigindo inovações e ideias criativas.

Nesse sentido, este livro evidencia a importância da Ciência e Engenharia de Materiais, apresentando uma coletânea de trabalhos, composta por quatro volumes, que permitem conhecer mais profundamente os diferentes materiais, mediante um exame das relações entre a sua estrutura, as suas propriedades e o seu processamento.

Considerando que a utilização de materiais e os projetos de engenharia mudam continuamente e que o ritmo desta mudança se acelera, não há como prever os avanços de longo prazo nesta área. A busca por novos materiais prossegue continuamente...

Boa leitura!

Marcia Regina Werner Schneider Abdala

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	1
COMPÓSITOS AL ₂ O ₃ -ZRO ₂ : PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Luiz Fernando Grespan Setz</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
CAPÍTULO 2	16
PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTHERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i>	
<i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
CAPÍTULO 3	25
AL ₂ O ₃ REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE ZRO ₂ (3%MOL Y ₂ O ₃)	
<i>Caio Marcello Felbinger Azevedo Cossú</i>	
<i>Claudinei dos Santos</i>	
<i>Manuel Fellipe Rodrigues Paes Alves</i>	
<i>Leonardo Queiroz Bueno Campos</i>	
<i>Bruno Galvão Simba</i>	
<i>Roberto de Oliveira Magnago</i>	
CAPÍTULO 4	42
EFEITO DA ADIÇÃO DO RESÍDUO DE POLIMENTO DE PORCELANATO NAS PROPRIEDADES DE BLOCOS CERÂMICOS	
<i>Geovana Lira Santana</i>	
<i>Manoel da Cruz Barbosa Neto</i>	
<i>Ricardo Peixoto Suassuna Dutra</i>	
<i>Daniel Araújo de Macedo</i>	
<i>Lizandra Fernanda Araújo Campos</i>	
CAPÍTULO 5	51
ESTUDO DA INFLUÊNCIA DA PROPORÇÃO DO SUBSTITUINTE CÁLCIO NA ATIVIDADE CATALÍTICA NA REDE DA PEROVSKITA LA _(1-x) CA _(x) MNO ₃ (X=0,2 E 0,4)	
<i>Anderson Costa Marques</i>	
<i>Mariza de Carvalho Montenegro Fernandes</i>	
<i>Cássia Carla de Carvalho</i>	
<i>Ana Karenina de Oliveira Paiva</i>	
<i>Filipe Martel de Magalhães Borges</i>	
<i>Felipe Olobardi Freire</i>	
<i>Alexandre de Sousa Campos</i>	
<i>Juan Alberto Chaves Ruiz</i>	
CAPÍTULO 6	61
INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE MAGNÉSIO NA ZEÓLITA MCM-22 UTILIZANDO A TÉCNICA DE IMPREGNAÇÃO POR COMPLEXAÇÃO	
<i>André Miranda da Silva</i>	
<i>Vitória de Andrade Freire</i>	
<i>Caroline Vasconcelos Fernandes</i>	
<i>Franciele Oliveira Costa</i>	
<i>Bianca Viana de Sousa</i>	

CAPÍTULO 7 69

AVALIAÇÃO DA ADIÇÃO DO PÓ DE RESÍDUO DE MANGANÊS EM MATRIZ CERÂMICA PARA REVESTIMENTO

Ana Claudia Rangel da Conceição
Eval Oliveira Miranda Junior
Helen Fernandes de Sousa
Olímpio Baldoino da Costa Vargens Neto
Victor Antunes Silva Barbosa
Oswaldo Cruz Santos
Mirtânia Antunes Leão

CAPÍTULO 8 81

ANÁLISE DO CUSTO DE FABRICAÇÃO BASEADO NA GEOMETRIA DE PEÇAS CERÂMICAS USANDO ERP - ESTUDO DE CASO EM MPE

Suellen de Mendonça Terroso Ferreira Jacoboski
Marcia Silva de Araujo
José Alberto Cerrí

CAPÍTULO 9 93

SÍNTESE TERMAL DE PENEIRA MOLECULAR DE ÓXIDO DE MN K-OMS-2 A PARTIR DE K-BIRNESSITA OBTIDA PELO MÉTODO SOL-GEL

Bruno Apolo Miranda Figueira
Dayane dos Santos Rezende
Kássia Lene Lima Marinho
Milena Carvalho de Moraes
Gilvan Pereira de Figueiredo
José Manuel Rivas Mercury

CAPÍTULO 10 99

COMPARAÇÃO DE DIFERENTES TÉCNICAS DE INCORPORAÇÃO DO ÓXIDO DE COBALTO NA PENEIRA MOLECULAR SBA-15

Franciele Oliveira Costa
Jonas Santana Albuquerque
Bianca Viana de Sousa

CAPÍTULO 11 109

ATIVAÇÃO POR CALCINAÇÃO DO ÓXIDO DE ZIRCÔNIA UTILIZANDO DIFERENTES TEMPERATURAS INCORPORADO NA PENEIRA MOLECULAR MCM-41

Maria Rosiane de Almeida Andrade
Carlos Eduardo Pereira
José Jaílson Nicácio Alves
Bianca Viana de Sousa Barbosa

CAPÍTULO 12 119

PROCEDIMENTOS NA SIMULAÇÃO MATEMÁTICA PARA DETERMINAÇÃO DE VALORES E MAXIMIZAÇÃO DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DE NOVOS MATERIAIS CERÂMICOS

José Vidal Nardi
Aline Souza Lopes Ventura Nardi

CAPÍTULO 13 136

PRODUÇÃO DE HIDRÓXIDO DE CÁLCIO A PARTIR DE RESÍDUO DA PEDRA CARIRI VISANDO SUA APLICAÇÃO EM BIOMATERIAIS

Tiago Maia Esmeraldo Alves
Ana Cândida de Almeida Prado

CAPÍTULO 14..... 148

SÍNTESE DE NANOCATALISADORES CERÂMICOS DE COMPOSIÇÃO $ZR_{1-x}CE_xO_2$ PARA PRODUÇÃO DE COMBUSTÍVEL GASOSO ECOLOGICAMENTE CORRETO

Pedro Henrique Pinheiro Lima

Gislayne Rayane Alves da Silva

Francisco Natanael Félix Barbosa

Maria Isabel Brasileiro

Laédna Souto Neiva

SOBRE A ORGANIZADORA 159

AL₂O₃ REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE ZrO₂(3%MOL Y₂O₃)

Caio Marcello Felbinger Azevedo Cossú

UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende, Resende – Rio de Janeiro.

Claudinei dos Santos

UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende, Resende – Rio de Janeiro

Manuel Fellipe Rodrigues Paes Alves

UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende, Resende – Rio de Janeiro.

Leonardo Queiroz Bueno Campos

UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende, Resende – Rio de Janeiro.

Bruno Galvão Simba

UNESP – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Engenharia de Guaratinguetá, Guaratinguetá – São Paulo.

Roberto de Oliveira Magnago

UERJ – Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia de Resende, Resende – Rio de Janeiro.

RESUMO: Neste trabalho foi desenvolvido um compósito à base de Al₂O₃ reforçado com nanopartículas de ZrO₂(Y₂O₃), objetivando avaliar o efeito do teor de nanopartículas de ZrO₂(Y₂O₃) nas propriedades mecânicas. Pós de partida de Al₂O₃ foram reforçados com frações,

em peso, de 3%, 5%, 10% e 15%, de ZrO₂(Y₂O₃) e misturadas em moinho almofariz. Todas as misturas receberam 5%, em peso, de ligante polimérico (PVA); e após a adição do ligante, o material foi compactado uniaxialmente a 50MPa, em seguida, sinterizados à temperatura de 1600°C por 2h. Os produtos sinterizados foram caracterizados por difração de raios X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), densidade relativa, dureza Vickers, tenacidade à fratura e resistência a flexão. Os resultados de difração de raios X indicaram as fases de Al₂O₃ e ZrO₂ tetragonal após a sinterização. Além disso, a densidade a verde de 55% foi predominante nos compactos; e após sinterização, variou em função do teor de ZrO₂, alcançando 97% em composições sinterizadas com 3%p de nanopartículas de ZrO₂(Y₂O₃). A dureza das amostras apresentou valores médios de dureza 1670HV, tenacidade à fratura máxima de 3,2 MPa.m^{1/2}, módulo de Weibull variando entre 4,75 a 12,83 e resistência a flexão atingindo o maior valor de 634MPa na composição com 5%p de ZrO₂, influenciada diretamente pela presença de nanopartículas de ZrO₂ dispersas uniformemente na matriz de Al₂O₃, que acarreta em, ao menos, dois mecanismos tenacificantes principais: transformação de fase tetragonal-monoclínica da zircônia, e tensão residual compressiva entre as duas fases presentes, Al₂O₃ e ZrO₂ tetragonal.

PALAVRAS-CHAVE: Composto cerâmico, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ e propriedades mecânicas.

ABSTRACT: In this work, $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticle reinforced Al_2O_3 composite was developed to evaluate the effect of the nanoparticle content of $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ on the mechanical properties. The mixtures contain an Al_2O_3 matrix with 3%wt., 5%wt., 10%wt. and 15%wt. $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ were mixed in a mortar mill. All blends received 5%wt. polymeric binder (PVA), and after addition of the binder, the material was compacted uniaxially at 50MPa, then sintered at 1600 ° C for 2h. The sintered products were characterized by X-Ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), relative density, hardness Vickers, fracture toughness and flexural strength. The results of X-ray diffraction indicated the phases of Al_2O_3 and tetragonal ZrO_2 were found after sintering. In addition, the relative density of green of 55% was predominant in the compacts, and after sintering, varied as a function of the ZrO_2 content, reaching 97% in compositions sintered with 3%wt. of $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticles. The hardness of the samples presented average values of 1670HV, and maximum tenacity of 3.2 MPa. $\text{m}^{1/2}$, Weibull modulus ranging from 4.75 to 12.83 and flexural strength reaching the highest value of 634MPa in the composition with 5%wt. ZrO_2 , directly influenced by the presence of ZrO_2 nanoparticles dispersed uniformly in the Al_2O_3 matrix, which leads to at least two main tenacifying mechanisms: tetragonal-monoclinic phase transformation of the zirconia, and compressive residual tension between the two phases present, Al_2O_3 and tetragonal ZrO_2 .

KEYWORDS: Ceramic compound, $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ and mechanical properties.

1 | INTRODUÇÃO

Cerâmicas à base de Al_2O_3 são utilizadas como biomateriais para a fabricação de próteses dentárias e ortopédicas, devido, às suas características funcionais e estruturais, dando garantia duradoura ao paciente⁽¹⁾.

A zircônia tetragonal estabilizada com ítria (3Y-TZP) apresenta uma excepcional tenacidade a fratura, justificada pelo mecanismo de transformação de fase tetragonal-monoclinica, que induz uma expansão volumétrica dos grãos na ordem de 4,5-5%, responsável por reter a expansão das trincas. Por essa razão é comum o uso da 3Y-TZP como reforço em compósitos cerâmicos, em especial em matrizes de alta dureza e baixa tenacidade a fratura, tais como na fabricação do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ ⁽²⁾. Os avanços de pós nanoparticulados de ZrO_2 possibilitaram a intensificação das propriedades mecânicas de compósitos fabricados utilizando ZrO_2 como agente tenacificador⁽²⁻³⁾. Neste trabalho foi desenvolvido compósitos adicionando nanopartículas de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ em matriz de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, gerando o compósito $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ cujas as principais propriedades mecânicas são: baixo coeficiente de atrito, diminuição da dureza, e conseqüentemente, aumento da tenacidade dos compósitos e compatibilidade biológica.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Neste trabalho foram utilizados pós de alumina (Al_2O_3), como matriz do compósito, e diferentes proporções de zircônia estabilizada com ítria $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$. A Tabela 1 mostra as principais características das matérias primas utilizadas para confecção dos compósitos caracterizados e discutidos, posteriormente.

Características	Al_2O_3	$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$
Fabricante	ALMATIS® CT 3000 SG	TOSOH® ZPex
Tamanho médio das partículas	300 nm	40 nm
Massa específica	3,98 g/cm ³	6,05 g/cm ³
Coefficiente de expansão térmica	$8,5 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$	$10,5 \times 10^{-6} \text{C}^{-1}$

Tabela 1 – Especificação técnica dos materiais utilizados para a produção dos compósitos.

2.2 Metodologia

A Figura 1 apresenta o fluxograma das atividades experimentais.

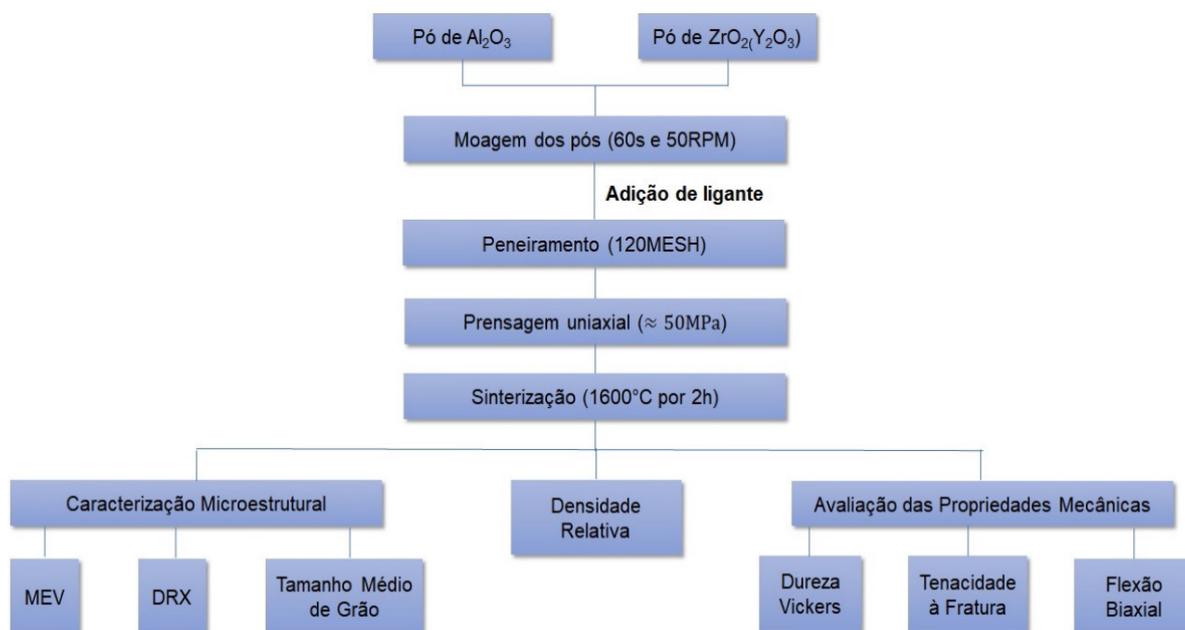


Figura 1 – Fluxograma das atividades experimentais

2.2.1 Processamento das misturas

A primeira etapa constituiu na calcinação dos pós de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ à 900°C por 1h, com taxas de aquecimento e resfriamento de $20^\circ\text{C}/\text{min}$, garantindo a remoção de partículas voláteis e ligantes.

Na segunda etapa, os pós de Al_2O_3 foram misturados em diferentes proporções, em peso, de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$. As misturas continham concentrações iguais a 3%p, 5%p,

10%p e 15%p de $ZrO_2(Y_2O_3)$ e foram misturadas a seco utilizando um moinho almofariz MARCONI MA-500 com pistilo motorizado de alumina em dois turnos com tempo de moagem de 60s e intervalos de 60s entre cada turno e velocidade de 50 RPM. Após a moagem, foi adicionado à mistura 5%p de ligante polimérico (o PVA – álcool polivinílico), e, em seguida, as misturas foram peneiradas em peneiras de 120 mesh, atingindo granulação inferior a 125 μ m.

Na última etapa, os pós foram compactados uniaxialmente a uma pressão de \approx 50MPa durante 60s, obtendo corpos de prova com dimensão iguais a 15 mm de diâmetro e 2mm de espessura. Em seguida, as amostras foram sinterizadas no forno MAITEC F1650, com rampas de aquecimento: 900°C por 2h, com taxa de aquecimento de 1°C/min, para eliminação do ligante polimérico, e, em seguida, 1600°C por 2h, com taxa de aquecimento de 5°C/min, para a sinterização das amostras, e por fim, resfriamento à temperatura ambiente (\approx 25°C), com taxa de resfriamento de 10°C/min.

As amostras sinterizadas tiveram suas massas específicas medidas por dois métodos distintos: método geométrico, utilizando um paquímetro, com precisão de 0,01mm, e pelo método de Arquimedes, utilizando uma balança de precisão OHAUS DISCOVERY. Os valores obtidos foram comparados, com relação a massa específica teórica ($\rho_{TEÓRICO}$), através da equação 1.

$$\rho_{TEÓRICO} = \frac{(P_{Al_2O_3} \times \rho_{Al_2O_3}) + (P_{ZrO_2} \times \rho_{ZrO_2})}{100} = \frac{(P_{Al_2O_3} \times 8,98) + (P_{ZrO_2} \times 6,05)}{100} \quad (1)$$

Onde:

$\rho_{TEÓRICO}$: massa específica teórica [g/cm³].

$P_{Al_2O_3}$: concentração, em peso, de Al_2O_3 .

P_{ZrO_2} : concentração, em peso, de ZrO_2 .

$\rho_{Al_2O_3}$: massa específica da Al_2O_3 ($\rho_{Al_2O_3} = 8,98$ g/cm³)

ρ_{ZrO_2} : massa específica da ZrO_2 ($\rho_{ZrO_2} = 6,05$ g/cm³).

2.2.2 Caracterização das amostras sinterizadas

As matérias primas, os compactos a verde e os compósitos sinterizados foram caracterizadas por difração de raios X para identificação das fases cristalinas utilizando um difratômetro PANALYTICAL EMPYREAN, utilizando a radiação Cu-K α , com varredura entre 20° à 80°, com passo angular de 0,02° e 80s por ponto de contagem.

Os picos cristalinos detectados nos difratogramas foram identificados utilizando o software HIGHSCORE PLUS 3.0 através da base de dados PDF-4-ICDD ⁽⁴⁾, baseado nas microfichas JCPDS. A morfologia das partículas das matérias primas foi observada usando um microscópio eletrônico HITACHI TM3000, através da técnica de microscopia eletrônica de varredura (MEV).

A visualização da morfologia dos grãos da matéria prima, dos compactos a verde e dos compósitos sinterizados foi realizada utilizando técnicas de microscopia

eletrônica de varredura (MEV).

O tamanho médio de grão foi feito utilizando o software IMAGE J, com base no diâmetro de Ferret dos compósitos sinterizados.

Todos os resultados foram correlacionados com o aumento da densificação do compósito após a sinterização, o gradiente de concentração de $ZrO_2(Y_2O_3)$ com estrutura cristalina tetragonal e a presença da matriz de $\alpha-Al_2O_3$ na microestrutura dos compósitos sinterizados.

2.2.3 Avaliação das propriedades mecânicas

Os resultados de microdureza e tenacidade a fratura foram aferidos utilizando o método de indentação de Vickers, com carga de indentação de 1000gf (9,81N) durante 30s, baseando-se nas normas ASTM-C-1327-99⁽⁵⁾ e ASTM-C-1421-99⁽⁶⁾, com a utilização das equações 2 – 3 para o cálculo da dureza e tenacidade a fratura das amostras sinterizadas, respectivamente.

$$H = 1,854 \times \frac{F}{D^2} \quad (2)$$

Onde:

H: dureza Vickers do compósito [GPa].

F: carga de indentação [N].

D: média das diagonais de indentação [m].

$$K_{1C} = 0,019 \times H_A \times \left(\frac{E}{H}\right)^{\frac{2}{5}} \times L^{\frac{-1}{2}} \quad (3)$$

Onde:

K_{1C} : tenacidade a fratura do compósito [$MPa \times m^{1/2}$].

E: módulo de elasticidade do compósito [GPa].

H_A : dureza teórica do compósito [GPa].

L: maior comprimento da trinca radial [m].

A resistência a flexão foi aferida através do ensaio de flexão biaxial, utilizando um aparato composto por um pistão e uma base com três esferas de aço temperado posicionadas em três pontos equidistantes formando um arco de 120° . Os corpos de prova com o formato cilíndrico possuíam dimensões iguais a: 12 mm de diâmetro com 1,4 mm de espessura. Todos os ensaios foram realizados numa máquina universal EMIC DL 10000 seguindo a norma ISO 6872⁽⁷⁾, seguindo as equações 4 – 6, usadas para definir o módulo de ruptura dos compósitos.

$$\sigma_F = \frac{0,2387P(X - Y)}{b^2} \quad (4)$$

$$X = (1 + \nu)\ln\left(\frac{r_2}{r_3}\right)^2 + \left[\frac{1 - \nu}{2}\right] \left[\frac{r_2}{r_3}\right]^2 \quad (5)$$

$$Y = (1 + \nu)\left[1 + \ln\left(\frac{r_1}{r_3}\right)\right]^2 + [1 - \nu] \left[\frac{r_1}{r_3}\right]^2 \quad (6)$$

Onde:

σ_F : módulo de ruptura [Mpa].

P: força máxima suportada pelo espécime [N].

ν : coeficiente de Poisson.

r_1 : raio do círculo composto pelas esferas do suporte [mm].

r_2 : raio do área carregada [mm].

r_3 : raio da amostra [mm].

b: espessura da amostra na região de origem da fratura [mm].

Os resultados obtidos no ensaio de flexão biaxial apresentaram uma distribuição assimétrica, característica de materiais cerâmicos. Portanto, os resultados foram analisados estatisticamente, utilizando a estatística de Weibull. As equações 7 - 8 definem os modelos matemáticos de Weibull.

$$P_F = \frac{i - 0,50}{N} \quad (7)$$

Onde:

P_F : probabilidade de falha acumulada.

i: posição do espécime, em relação à ordenação decrescente dos resultados.

N: número de espécimes analisados.

$$P_F = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma}{\sigma_0}\right)^m\right] \quad (8)$$

Onde:

P_F : probabilidade de falha acumulada.

σ : resistência a flexão [MPa].

σ_0 : força de Weibull característica [MPa].

m: módulo de Weibull.

3 | RESULTADOS E DISCUSSÕES

3.1 Caracterização das matérias primas

A Figura 2 apresenta as análises em difração de raios X das matérias primas utilizadas para a sinterização dos compostos.

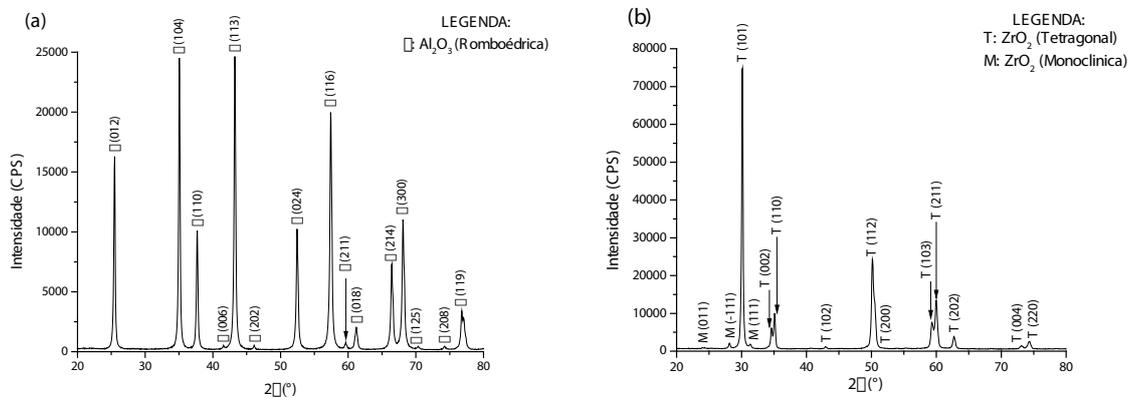


Figura 2 – Difratomogramas das matérias primas utilizadas: a) Al_2O_3 e b) $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticulada

Observa-se na Figura 1 - (a) a presença da fase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ utilizada como matriz para o compósito. Na Figura 1 - (b), as fases cristalinas de ZrO_2 tetragonal (fase metaestável) e ZrO_2 monoclinica (fase estável) podem ser observadas no difratograma. É possível notar que o grau de impurezas das matérias primas é desprezível dentro da faixa de análise.

3.2 Caracterização microestrutural dos compósitos compactados

No difratograma mostrado na Figura 3 é apresentado as fases cristalinas antes do processo de sinterização, prensados uniaxialmente a 50 MPa. Nota-se que as amostras estão homogêneas, devido, a presença das fases cristalinas de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, ZrO_2 tetragonal e ZrO_2 monoclinica.

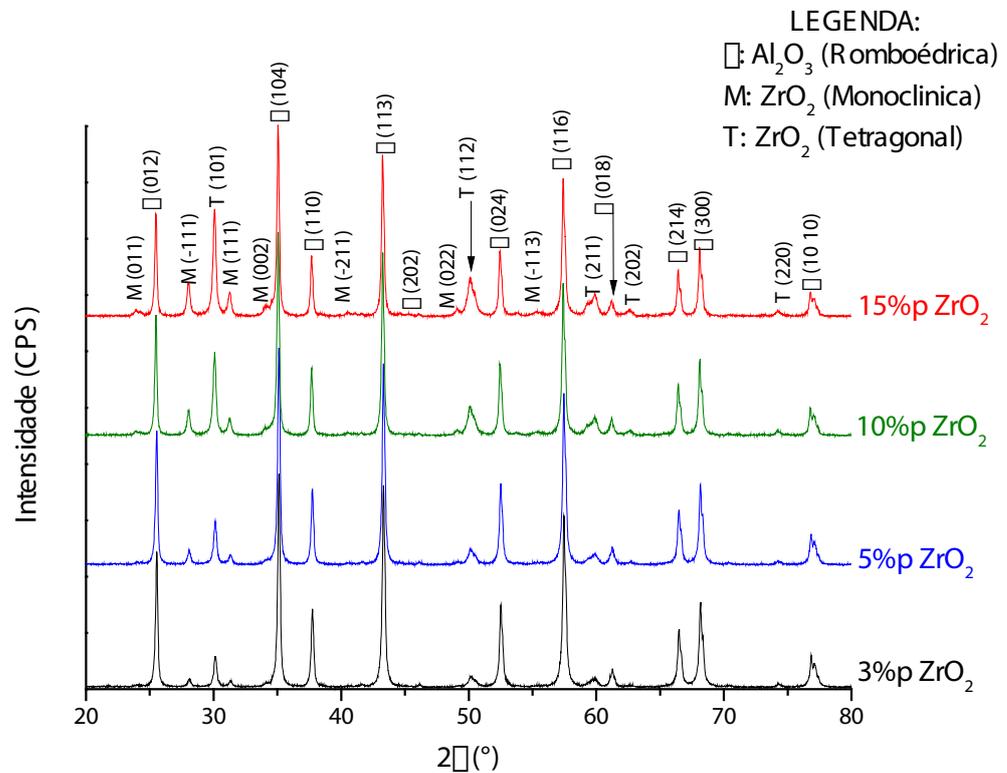


Figura 3 – Difratoograma em Raios X das amostras compactadas em diferentes composições de ZrO₂(Y₂O₃)

A Figura 4 apresenta os resultados da densidade relativa dos compactos a verde e dos compostos sinterizados a 1600°C durante 2h.

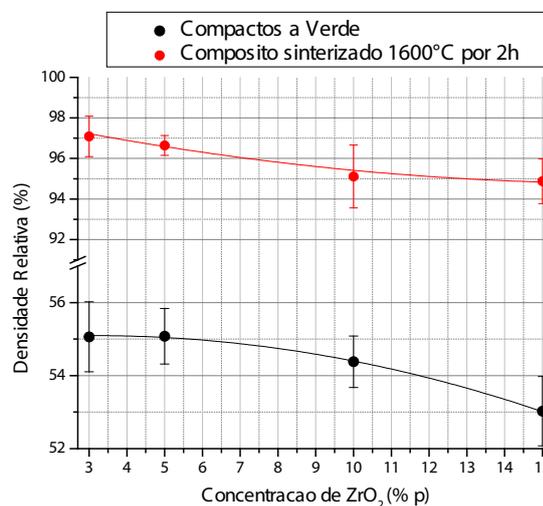


Figura 4 – Densidade relativa dos compactos a verde (linha preta) e compostos sinterizados (linha vermelha)

Observa-se na Figura 4 as amostras compactadas apresentaram densidade a verde na ordem de 55%. A aplicação de 5% de ligante, em peso, permitiu a homogeneidade do compósito, fazendo com que as partículas de ZrO₂ se acomodem na matriz de Al₂O₃, causando o alto grau de densidade a verde nas amostras. Após o processo de sinterização, o compósito apresentou densidade relativa superior a 95%,

consequentemente, pode-se afirmar que os ciclos de sinterização dos compósitos foram eficazes, permitindo a eliminação contínua do ligante utilizado no processo de prensagem, crescimento dos grãos, que por sua vez, causará a eliminação de poros nas amostras sinterizadas.

A Figura 5 mostra a retração volumétrica após o processo de sinterização à 1600°C por 2h.

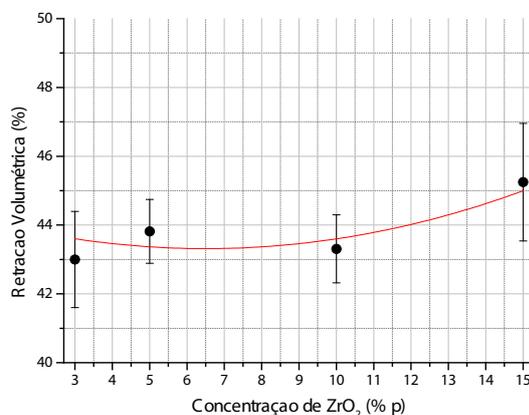


Figura 5 – Retração volumétrica em função da concentração de ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada

A retração volumétrica do material após o processo de sinterização a 1600°C por 2h, atingiu o valor máximo de 55%, indicando que quanto maior a porcentagem, em peso, de ZrO₂ no composto, menor será a retração volumétrica do material, devido ao coeficiente de expansão térmica do ZrO₂ ($=1,30 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$) ser maior do que o do Al₂O₃ ($= 8,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$)⁽⁸⁻⁹⁾.

Na Figura 6, os compostos sinterizados com diferentes proporções em massa de ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada foram analisadas por difração de raios X (DRX).

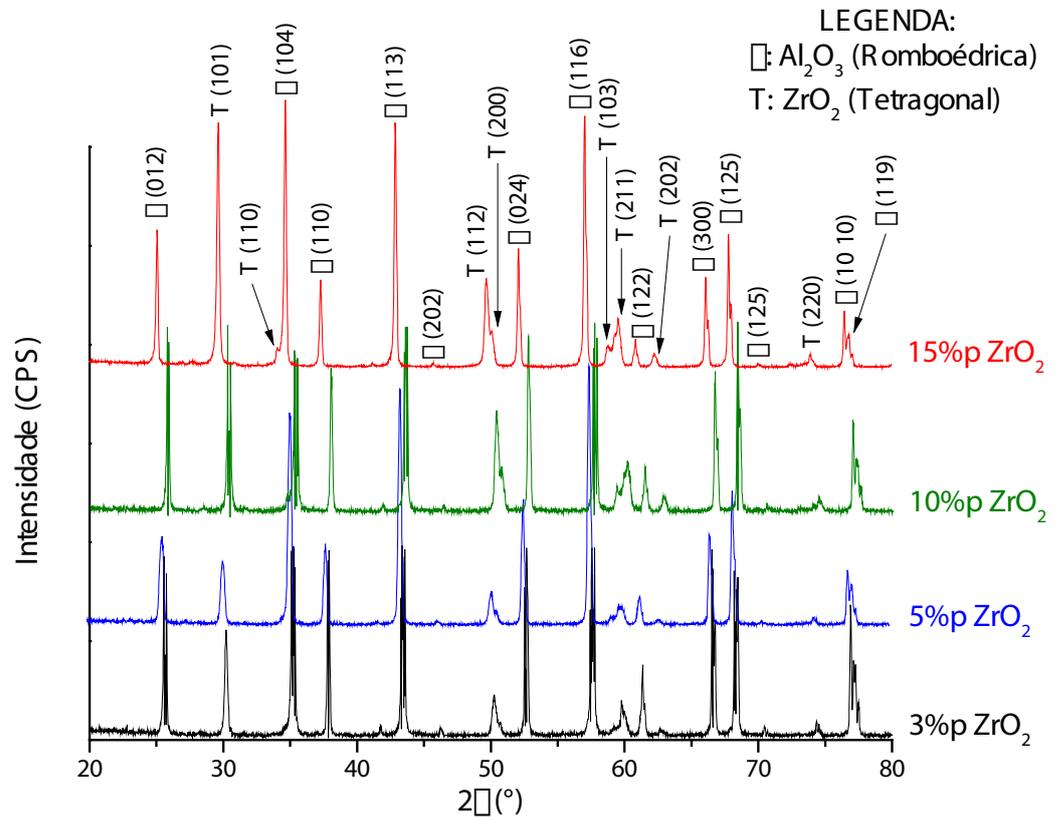


Figura 6 – Difratoograma dos compostos sinterizados a 1600°C por 2h com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada

Observa-se que os picos cristalinos de ZrO₂ tetragonal (fase metaestável) aumentam de acordo com os teores ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada adicionado na matriz de α-Al₂O₃. Observa-se que a fase de ZrO₂ monoclinica foi transformada em ZrO₂ tetragonal após a sinterização a 1600°C por 2h, independentemente dos compostos cerâmicos analisados. Em comparação com o difratograma das amostras compactadas, observa-se o aumento da fase tetragonal após o processo de sinterização, levando ao aumento da resistência mecânica do composto.

A Figura 7 mostra os resultados em microscopia eletrônica de varredura (MEV) das amostras sinterizadas, lixadas até a granulação P1200 e polidas com pasta de diamante até 1µm. As amostras lixadas e polidas foram atacadas termicamente a 1450°C por 20 min, e posteriormente, foram metalizadas via sputtering, cobrindo a superfície com uma fina camada de ouro, melhorando a visualização dos contornos de grão e a posição dos grãos de t-ZrO₂ na matriz de α-Al₂O₃.

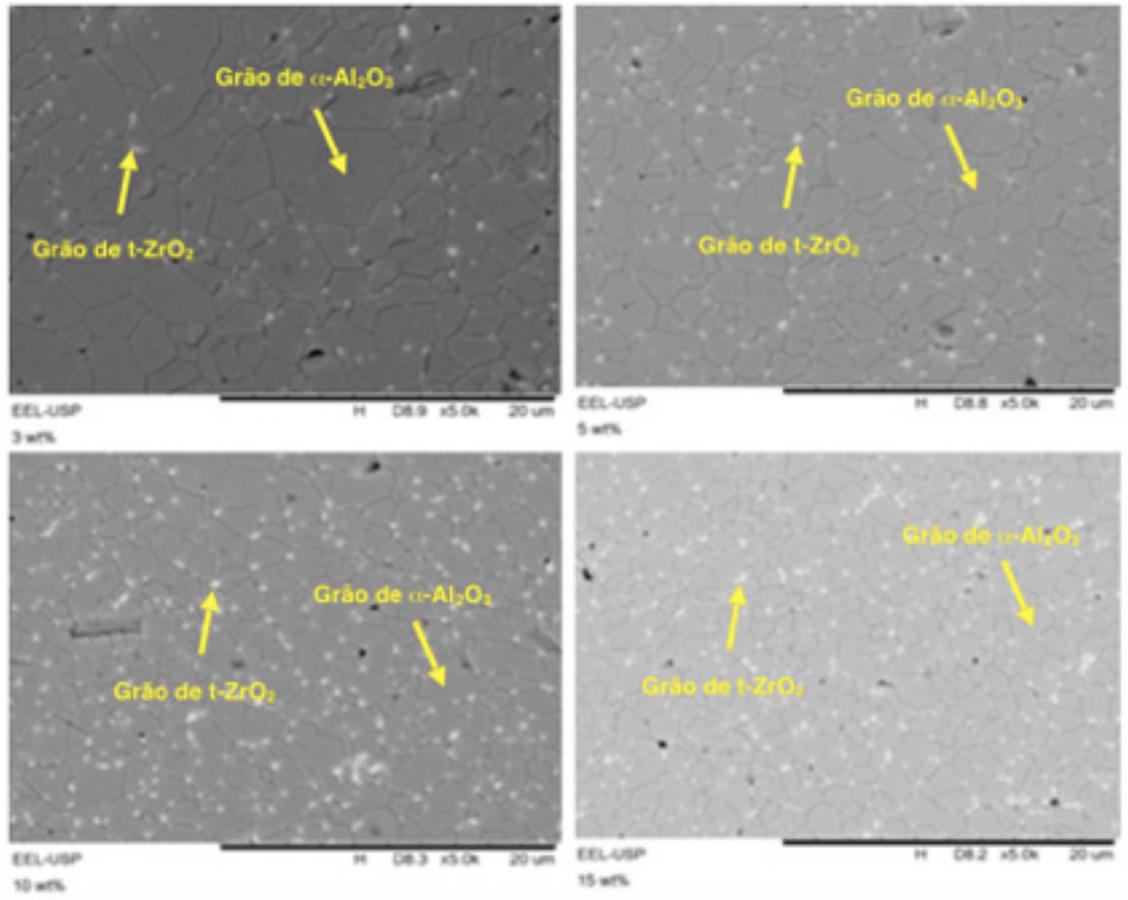


Figura 7 – Micrografias do compósito Al_2O_3 com diferentes concentrações de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$: 3%p de ZrO_2 ; 5%p de ZrO_2 ; 10%p de ZrO_2 ; 15%p de ZrO_2

Nas micrografias dos compósitos sinterizados mostrados na Figura 7, observa-se que as partículas de $t\text{-ZrO}_2$ (região clara) estão posicionadas em torno dos contornos de grão da matriz de $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ (região escura), e aumentando a fração, em massa, de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$, aumenta-se a quantidade de aglomerados de grãos de ZrO_2 em torno dos contornos de grão, fazendo com que haja o aumento da tenacidade do composto por transformação de fase tetragonal monoclinica.

A Figura 8 micrografias de fratura dos compósitos em diferentes proporções de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$, observando a distribuição de grãos de ZrO_2 no interior dos compostos sinterizados e fraturados, aplicando uma tensão cisalhante.

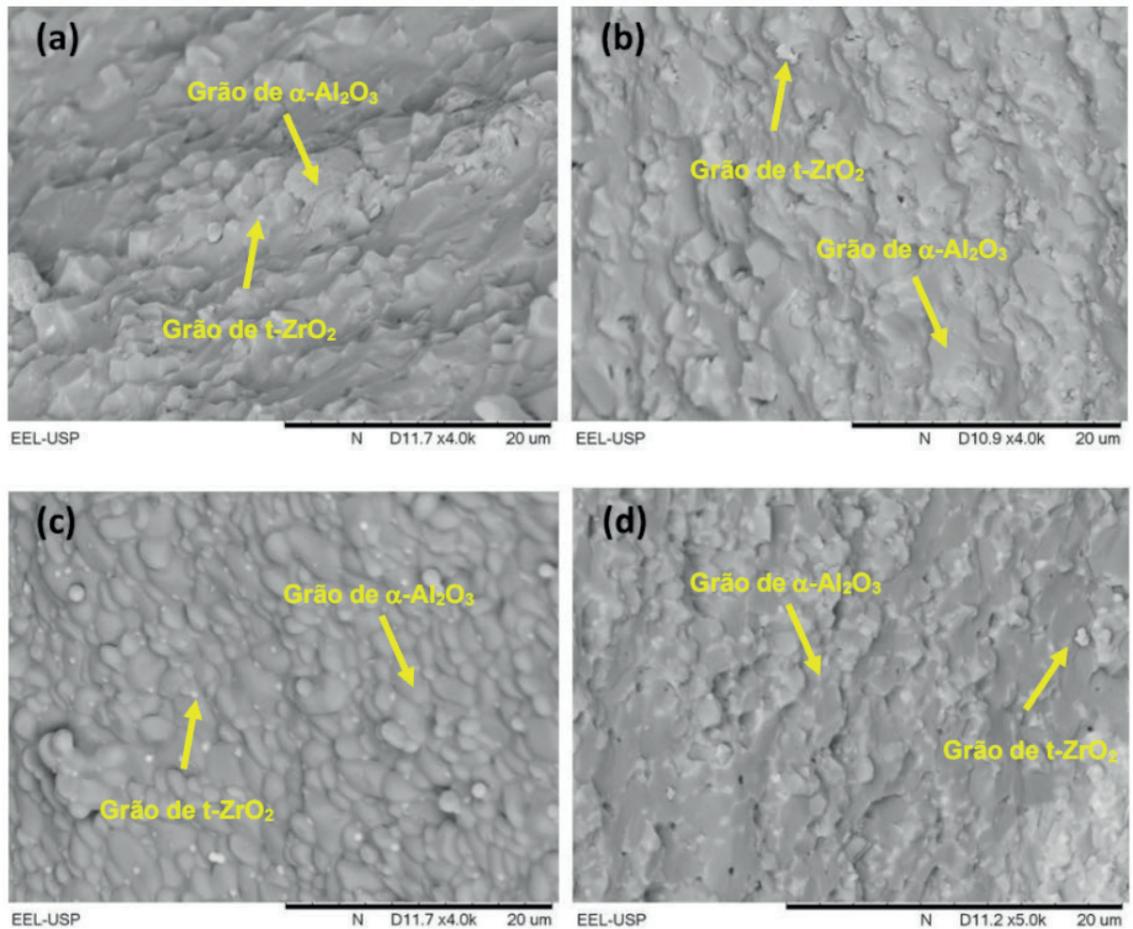


Figura 8 – Micrografias de fratura dos compostos com diferentes concentrações de $ZrO_2(Y_2O_3)$: (a) 3%p de ZrO_2 ; (b) 5%p de ZrO_2 ; (c) 10%p de ZrO_2 ; (d) 15%p de ZrO_2

A micrografia apresentada na Figura 8 mostra uma fratura do tipo frágil nos contornos de grão da matriz de $\alpha-Al_2O_3$ (fratura frágil intergranular). Observou-se que os grãos de ZrO_2 estão posicionados no interior dos compostos fraturados na matriz de $\alpha-Al_2O_3$.

3.3 Avaliação das propriedades mecânicas

A Figura 9 mostra os resultados do ensaio de microdureza Vickers dos compostos com diferentes concentrações de $ZrO_2(Y_2O_3)$ nanoparticulada.

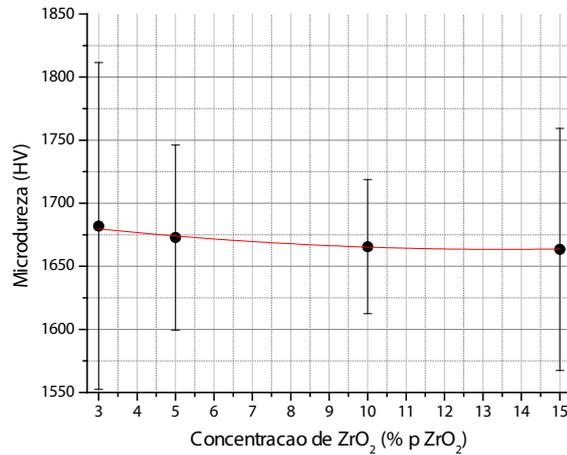


Figura 9 – Resultados de microdureza Vickers dos compostos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃)

Observa-se que o aumento da fração mássica de ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada na matriz de Al₂O₃, promoveu um aumento da densificação dos compósitos, porém levou a diminuição da dureza do material.

A Figura 10 mostra os resultados de tenacidade a fratura através do método de propagação de trincas dos compostos com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada.

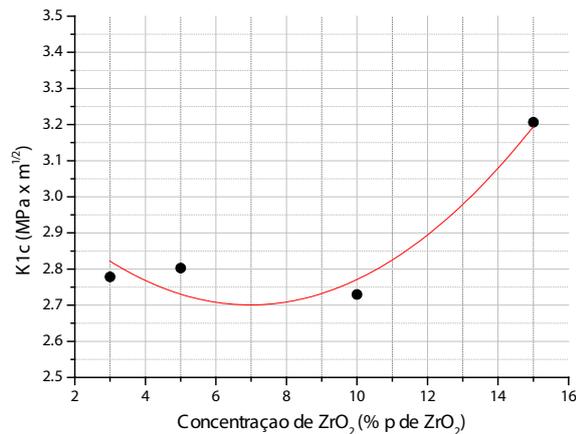


Figura 10 – Resultados de tenacidade à fratura dos compostos sinterizados à 1600°C por 2h com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃)

Outro fator observado, é o aumento da tenacidade a fratura do material, justificada pela ativação do mecanismo de tenacificação por transformação de fases do reforço de zircônia. Este fenômeno é ativado pelas tensões residuais promovidas pela propagação de trincas na matriz de Al₂O₃ ao se propagar pode encontrar grãos de ZrO₂ causando a transformação de fase do grão de ZrO₂ em uma fase mais estável causando o aumento da tenacidade a fratura do material.

A Figura 11 mostra os resultados do tamanho médio de grão (TMG) de Al₂O₃ em relação a concentração de ZrO₂(Y₂O₃) com o auxílio do software IMAGE J, determinou-se o diâmetro de Ferret das partículas dos compostos com diferentes proporções de

ZrO₂(Y₂O₃) nanoparticulada.

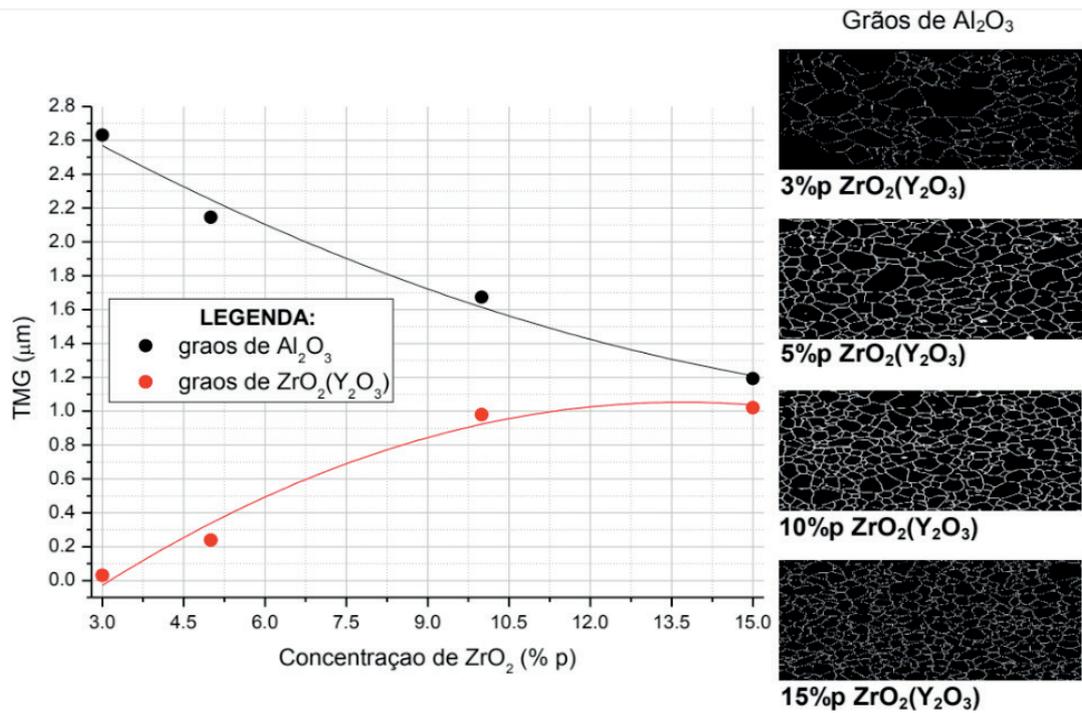


Figura 11 – Tamanho médio dos grãos de Al₂O₃ em relação a concentração de ZrO₂(Y₂O₃) dos compostos

Os resultados das análises quantitativa do tamanho médio de grão, mostrado na Figura 11, mostrou uma redução que o tamanho médio da matriz de Al₂O₃ reduziu de 2,6 mm para 2,2 mm a 1,7 mm e a 1,2 mm, quando é adicionado 3%p, 5%p, 10%p e 15%p de ZrO₂, respectivamente. Isso mostra que a adição e a dispersão de ZrO₂ inibiu o crescimento dos grãos de Al₂O₃, confirmando os efeitos de crescimento de grãos em sistemas binários de cerâmicas⁽⁹⁾.

A análise estatística de Weibull dos compósitos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃) à 1600°C por 2h é apresentada na Figura 12.

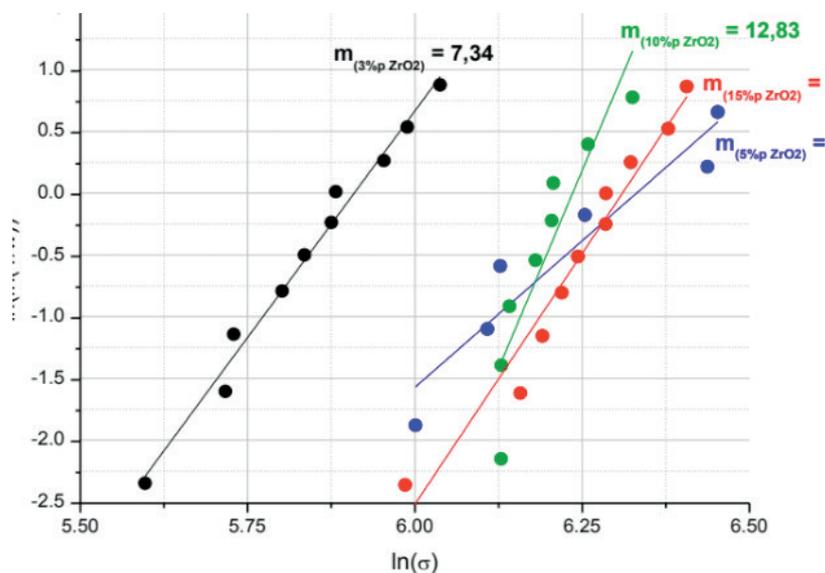


Figura 12 – Curva e módulo de Weibull dos compósitos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO₂(Y₂O₃) à 1600°C por 2h

O módulo de Weibull variou de acordo com a concentração de ZrO_2 de 7,34 para 4,75 a 12,83 a 8,12 nos compósitos contendo 3%p, 5%p, 10%p e 15%p, respectivamente, de $ZrO_2(Y_2O_3)$. O módulo de Weibull encontrado nos compósitos contendo 10%p de ZrO_2 foi maior, e portanto, para essa composição a resistência aos esforços de flexão será maior, contribuindo para a maior confiabilidade desse grupo de amostras frente as outras composições estudadas⁽¹⁰⁻¹³⁾.

A Figura 13 mostra a probabilidade de falha dos compostos submetidos a tensões de compressão.

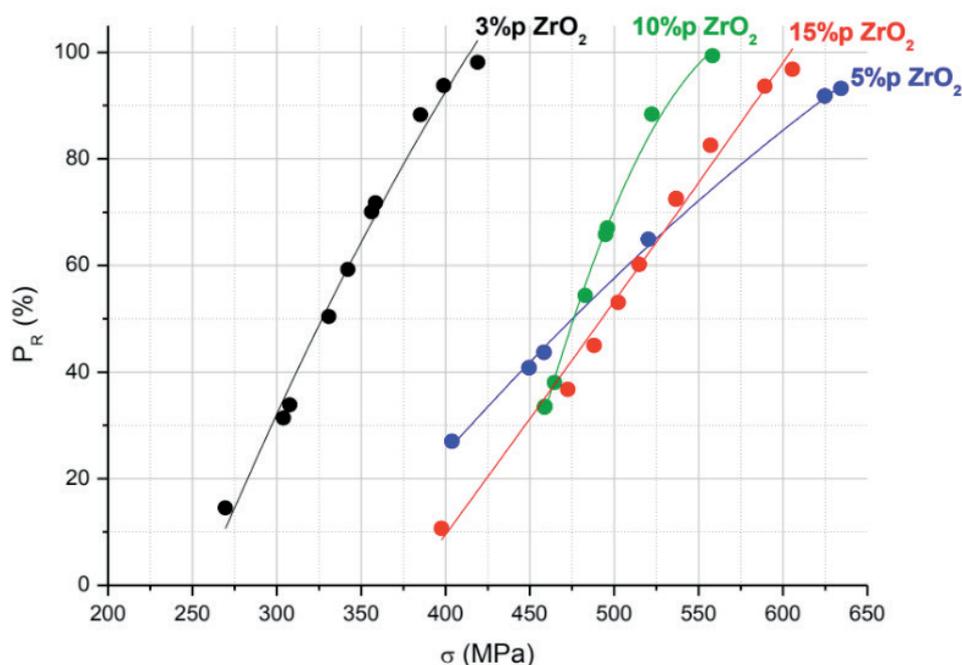


Figura 13 – Probabilidade de ruptura dos compostos submetidos a tensões de compressão após o ensaio de flexão biaxial

A Figura 13 mostrou que o composto contendo 5%p $ZrO_2(Y_2O_3)$ apresentou maior resistência a flexão, alcançando o valor máximo de 635MPa. Porém, o resultado do compósito com 10%p $ZrO_2(Y_2O_3)$ apresentou o maior módulo de Weibull, portanto, maior confiabilidade, com valor médio aferido significativamente menor, cerca de 490MPa. Este fenômeno pode ser justificado, devido, a uma maior dispersão de grãos de ZrO_2 no interior da matriz de Al_2O_3 nos compósitos contendo 10%p ZrO_2 , garantindo maior homogeneidade nos resultados.

Observou-se que a resistência a flexão em todas as composições aumentou, indicando que o mecanismo de tenacificação por transformação martensítica t- ZrO_2 (metaestável) m- ZrO_2 (estável) foi eficaz.

4 | CONCLUSÕES

Nos compósitos $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ utilizando $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticulada, variando as composições, em peso, de zircônia de 3% a 15%, sinterizados a 1600°C por 2h, teve como resultado a presença das fases cristalinas de Al_2O_3 romboédrica ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) e ZrO_2 tetragonal ($t\text{-ZrO}_2$), atingindo densidade relativa em torno de 95%, dureza atingindo o valor mínimo de 1670 HV e tenacidade a fratura atingindo o valor máximo de $3,2\text{MPa}\times\text{m}^{1/2}$ no compósito de maior porcentagem em massa de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$. O módulo de Weibull variou de 4,75 a 12,83, apresentando maior resistência a flexão no compósito contendo 5%p ZrO_2 , com 635Mpa e módulo de 4,75. O principal mecanismo responsável pelo aumento da resistência mecânica com o aumento da dispersão de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ na matriz de Al_2O_3 tem sido o processo de endurecimento da transformação de fase induzida pelo estresse baseado a transformação martensítica $t\text{-ZrO}_2 \rightarrow m\text{-ZrO}_2$, enquanto, outros mecanismos, como o tamanho decrescente de grãos da matriz de Al_2O_3 e estresses gerados pelo a incompatibilidade térmica entre Al_2O_3 e ZrO_2 são menos importante. Este estudo pode servir como um guia para desenvolvimentos de produtos levando em consideração construções com geométricas, combinando as variações composicionais e parâmetros de processamento, tais como matérias-primas, parâmetros de sinterização do sistema de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$.

5 | AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a FAPERJ e ao CNPq pelo apoio financeiro dado ao autor Claudinei dos Santos.

REFERÊNCIAS

ANUSAVICE, K. J. & PHILLIPS. **Materiais dentários**, 2005, 11ª Ed., Elsevier LTDA.

MORAES, M.C. **Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias**, 2004, 256 pp. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, IME/ RJ, Rio de Janeiro.

PALMEIRA, A. A. **Estudo comparativo da sinterização de pós nanoestruturados e microestruturados de ZrO_2 tetragonal estabilizado com Y_2O_3** , 2012, 165 pp. Tese (Doutorado em Ciência dos Materiais) – Escola de Engenharia de Lorena da Universidade de São Paulo, USP/ SP, São Paulo.

JCPDS - **Joint Committee on Powder Diffraction Standard: Inorganic Materials**, International Centre for Diffraction Data Swarthmore, Pensilvania, 2004.

ASTM: C-1327-99, **Standard Test Method for Vickers Indentation Hardness of Advanced Ceramics**, 1999, pp. 1-8.

ASTM: C-1421-99, **Standard Test for Method Determination of Fracture Toughness of Advanced Ceramics at Ambient Temperature**, 1999, pp. 1-32.

ISO 6872, **Flexure Fixture for Dental Ceramic, 2008, Dentistry – Ceramic Materials**, International Organization for Standardization, Geneva, Switzerland, 2008.

TUAN, W.H., CHEN, R.Z., WANG, T.C., CHANG, C.H., KUO, P.S. **Mechanical Properties of Al₂O₃/ZrO₂ Composites**. Journal of the Europe Ceramic Society, 22, (2002).

CHAIM, R. **Activation energy and grain growth in nanocrystalline Y-TZP ceramics**. Materials Science and Engineering A, 486, (2008), 439-446.

Amoros, J.L.; Sanchez, E.; Cantavella, V.; Monzó, M.; Timellini, G.; Brindley, C. – **Propiedades mecánicas de los soportes cerámicos crudos – QUALICER'2000**.

Zanotto, E.D.; Migliore, A. R – **Propriedades Mecânicas de Materiais Cerâmicos: Uma Introdução – Cerâmica**, Volume 37, No 247, p. 7-16, Janeiro/Fevereiro, 1991.

I Denry, J.R. Kelly. **State of the art of zirconia for dental applications**. Dent Mater 2008;24: pp.299–307.

SOBRE A ORGANIZADORA

Marcia Regina Werner Schneider Abdala: Mestre em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro, Graduada em Engenharia de Materiais pela Universidade Federal do Rio de Janeiro. Possui experiência na área de Educação a mais de 06 anos, atuando na área de gestão acadêmica como coordenadora de curso de Engenharia e Tecnologia. Das diferentes atividades desenvolvidas destaca-se a atuação como professora de ensino superior atuando em várias áreas de graduações; professora de pós-graduação lato sensu; avaliadora de artigos e projetos; revisora de revistas científicas; membro de bancas examinadoras de trabalhos de conclusão de cursos de graduação. Atuou como inspetora de Aviação Civil, nas áreas de infraestrutura aeroportuária e segurança operacional em uma instituição federal.

Agência Brasileira do ISBN
ISBN 978-85-85107-62-8

