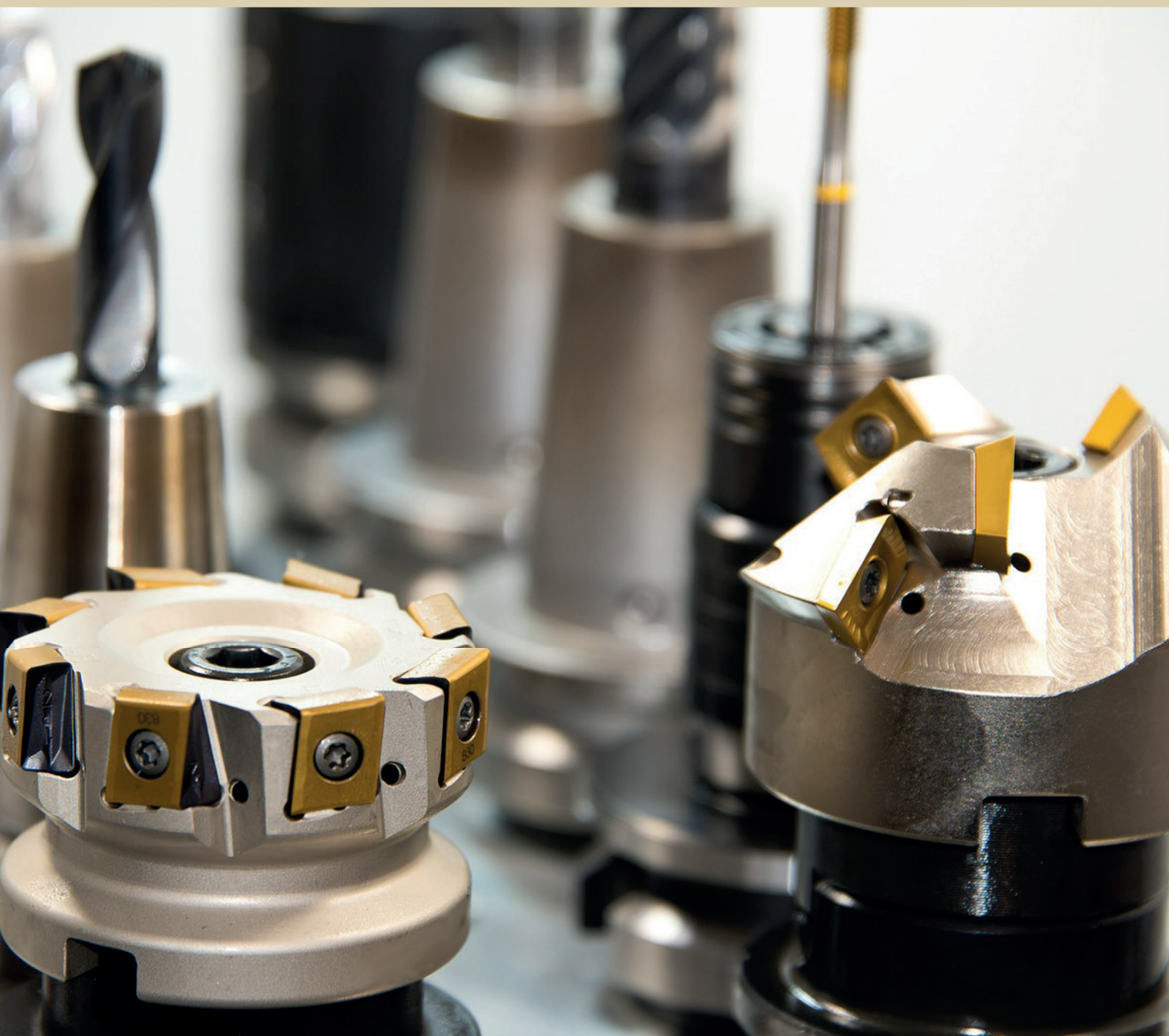


# Ciência e Engenharia de Materiais

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](http://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

<b>CAPÍTULO 1</b> .....	<b>1</b>
COMPÓSITOS $AL_2O_3-ZrO_2$ : PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i> <i>Luiz Fernando Grespan Setz</i> <i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>16</b>
PROPRIEDADES DE ÓXIDO DE CÉRIO OBTIDO VIA SÍNTESE HIDROTERMAL ASSISTIDA POR MICRO-ONDAS	
<i>João Domingos Covello Carregosa</i> <i>Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira</i>	
<b>CAPÍTULO 3</b> .....	<b>25</b>
$AL_2O_3$ REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE $ZrO_2(3\%MOL Y_2O_3)$	
<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>	
<b>CAPÍTULO 4</b> .....	<b>42</b>
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>	
<b>CAPÍTULO 5</b> .....	<b>51</b>
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>	
<b>CAPÍTULO 6</b> .....	<b>61</b>
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**

## AL<sub>2</sub>O<sub>3</sub> REFORÇADO COM NANOPARTÍCULAS DE ZrO<sub>2</sub>(3%MOL Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### **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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reforçado com nanopartículas de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), objetivando avaliar o efeito do teor de nanopartículas de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nas propriedades mecânicas. Pós de partida de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram reforçados com frações,

em peso, de 3%, 5%, 10% e 15%, de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e ZrO<sub>2</sub> 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 ZrO<sub>2</sub>, alcançando 97% em composições sinterizadas com 3%p de nanopartículas de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). A dureza das amostras apresentou valores médios de dureza 1670HV, tenacidade à fratura máxima de 3,2 MPa.m<sup>1/2</sup>, 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 ZrO<sub>2</sub>, influenciada diretamente pela presença de nanopartículas de ZrO<sub>2</sub> dispersas uniformemente na matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e ZrO<sub>2</sub> 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and tetragonal  $\text{ZrO}_2$  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  $\text{ZrO}_2$  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.  $\text{ZrO}_2$ , directly influenced by the presence of  $\text{ZrO}_2$  nanoparticles dispersed uniformly in the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and tetragonal  $\text{ZrO}_2$ .

**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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  são utilizadas como biomateriais para a fabricação de próteses dentárias e ortopédicas, devido, às suas características funcionais e estruturais, dando garantia duradoura ao paciente<sup>(1)</sup>.

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  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ <sup>(2)</sup>. Os avanços de pós nanoparticulados de  $\text{ZrO}_2$  possibilitaram a intensificação das propriedades mecânicas de compósitos fabricados utilizando  $\text{ZrO}_2$  como agente tenacificador<sup>(2-3)</sup>. 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 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), 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	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$
Fabricante	ALMATIS® CT 3000 SG	TOSOH® ZPex
Tamanho médio das partículas	300 nm	40 nm
Massa específica	3,98 g/cm <sup>3</sup>	6,05 g/cm <sup>3</sup>
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.

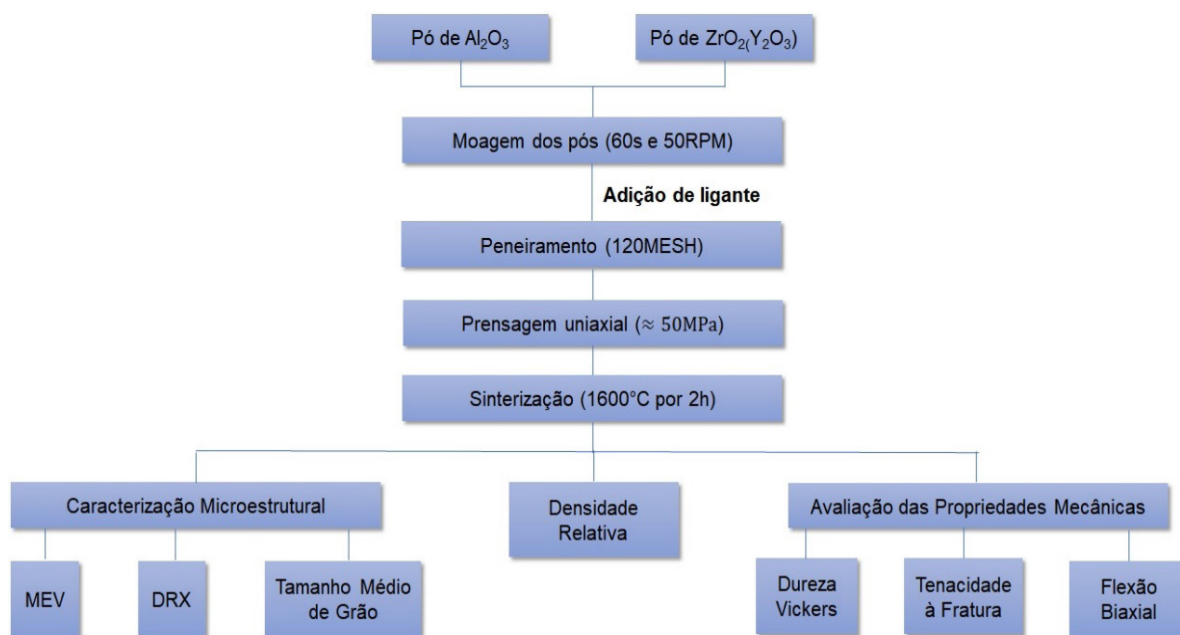


Figura 1 – Fluxograma das atividades experimentais

#### 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  $900^\circ\text{C}$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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 $\mu$ 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/cm<sup>3</sup>].

$P_{Al_2O_3}$ : 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/cm<sup>3</sup>)

$\rho_{ZrO_2}$ : massa específica da  $ZrO_2$  ( $\rho_{ZrO_2} = 6,05$  g/cm<sup>3</sup>).

### 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 $\alpha$ , 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 <sup>(4)</sup>, 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<sup>(5)</sup> e ASTM-C-1421-99<sup>(6)</sup>, 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  $120^\circ$ . 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<sup>(7)</sup>, 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:

$\sigma_F$ : módulo de ruptura [Mpa].

P: força máxima suportada pelo espécime [N].

$\nu$ : 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.

$\sigma$ : resistência a flexão [MPa].

$\sigma_0$ : 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.

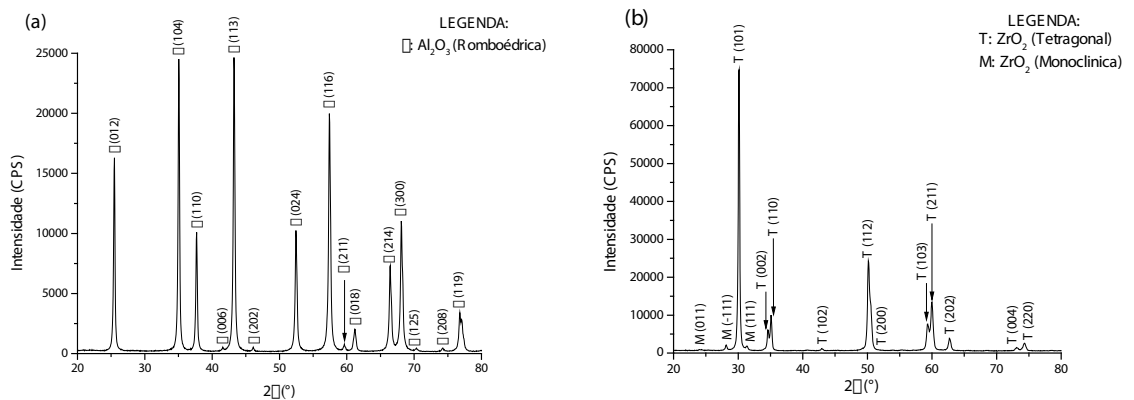


Figura 2 – Difratomogramas das matérias primas utilizadas: a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e b)  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$  nanoparticulada

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  $\text{ZrO}_2$  tetragonal (fase metaestável) e  $\text{ZrO}_2$  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  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{ZrO}_2$  tetragonal e  $\text{ZrO}_2$  monoclinica.

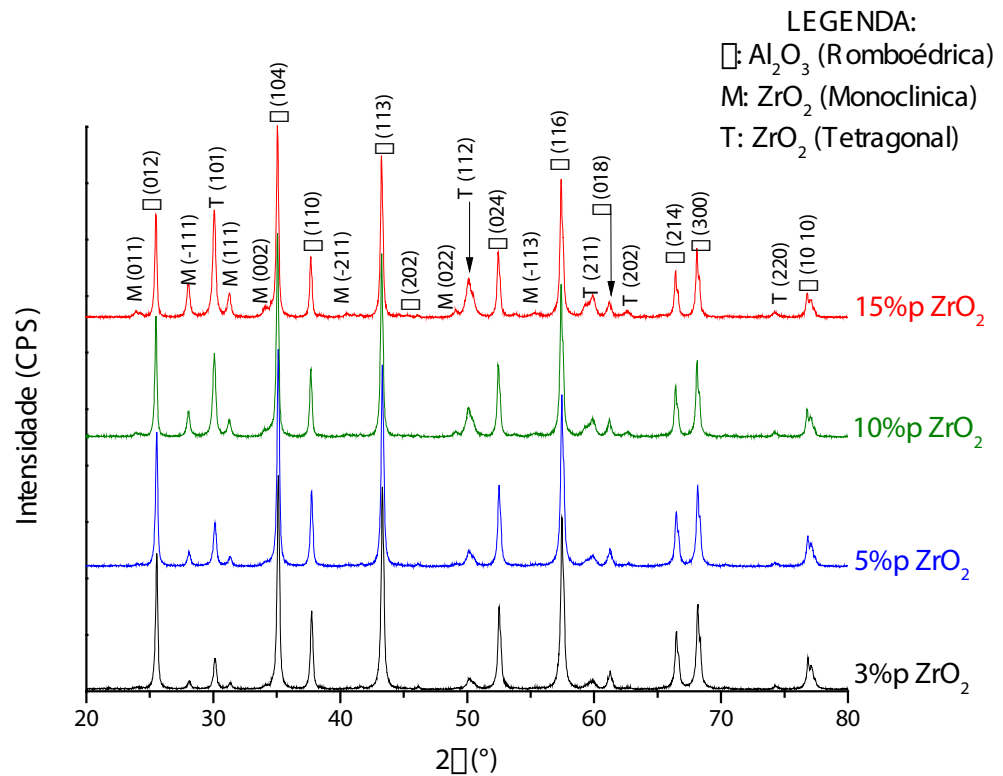


Figura 3 – Difratoograma em Raios X das amostras compactadas em diferentes composições de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

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

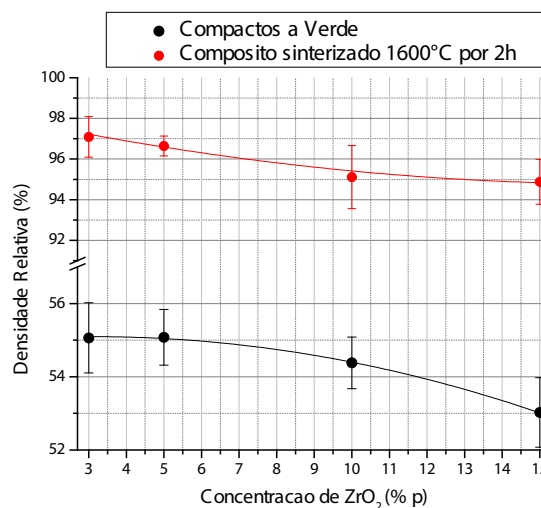


Figura 4 – Densidade relativa dos compactos a verde (linha preta) e compostos sinterizados (linha vermelha)

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 ZrO<sub>2</sub> se acomodem na matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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.

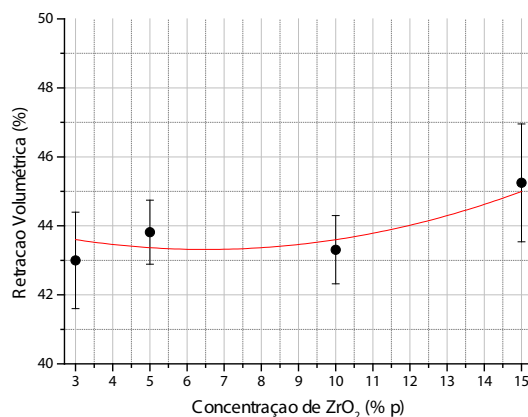


Figura 5 – Retração volumétrica em função da concentração de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada

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 ZrO<sub>2</sub> no composto, menor será a retração volumétrica do material, devido ao coeficiente de expansão térmica do ZrO<sub>2</sub> ( $=1,30 \times 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ ) ser maior do que o do Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ( $= 8,0 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ )<sup>(8-9)</sup>.

Na Figura 6, os compostos sinterizados com diferentes proporções em massa de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada foram analisadas por difração de raios X (DRX).



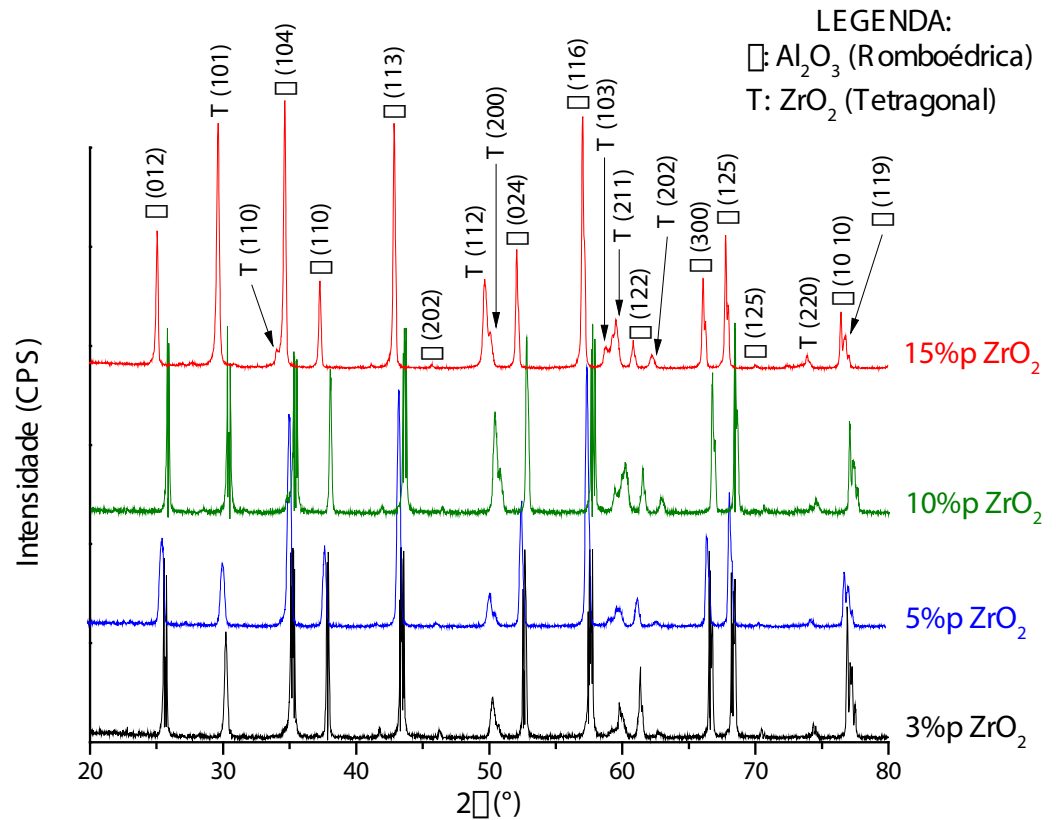


Figura 6 – Difratoograma dos compostos sinterizados a 1600°C por 2h com diferentes concentrações de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada

Observa-se que os picos cristalinos de ZrO<sub>2</sub> tetragonal (fase metaestável) aumentam de acordo com os teores ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada adicionado na matriz de α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Observa-se que a fase de ZrO<sub>2</sub> monoclinica foi transformada em ZrO<sub>2</sub> 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-ZrO<sub>2</sub> na matriz de α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

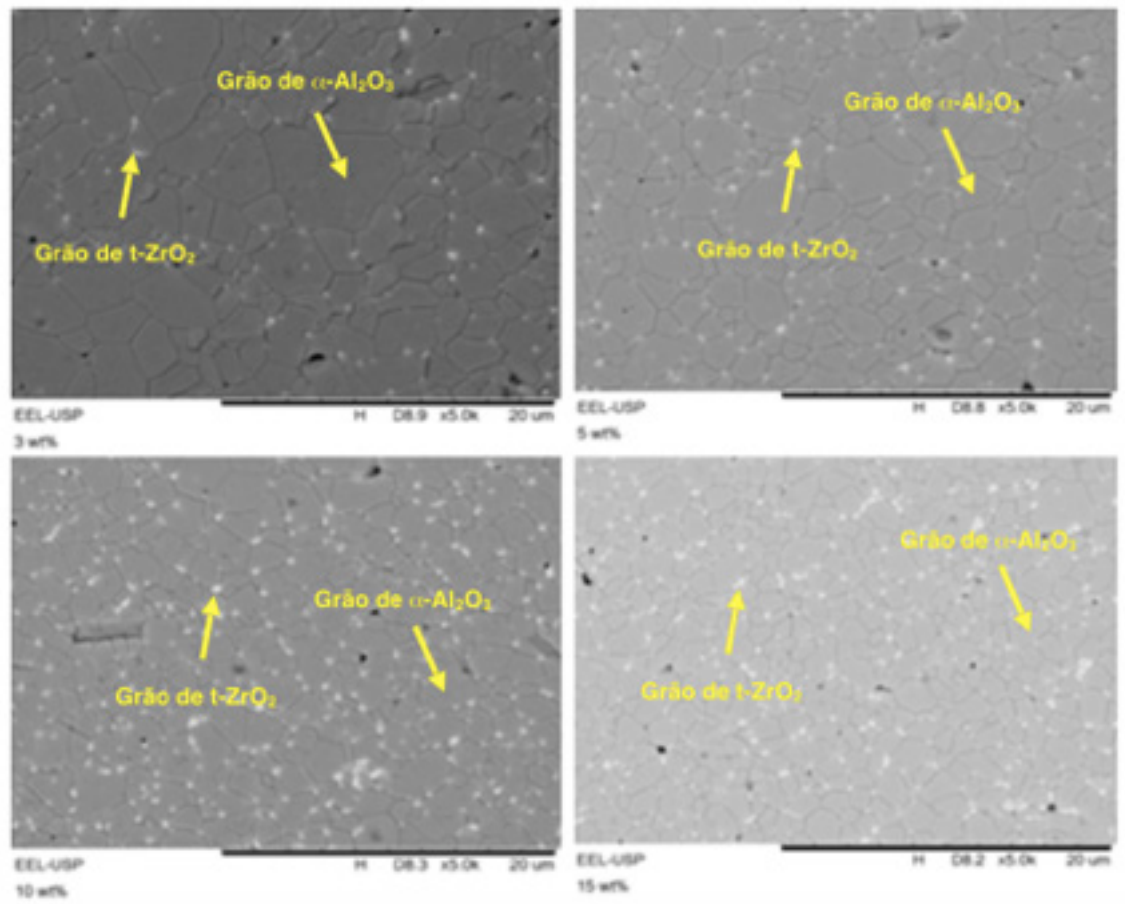


Figura 7 – Micrografias do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com diferentes concentrações de  $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ : 3%p de  $\text{ZrO}_2$ ; 5%p de  $\text{ZrO}_2$ ; 10%p de  $\text{ZrO}_2$ ; 15%p de  $\text{ZrO}_2$

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  $\text{ZrO}_2$  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  $\text{ZrO}_2$  no interior dos compostos sinterizados e fraturados, aplicando uma tensão cisalhante.

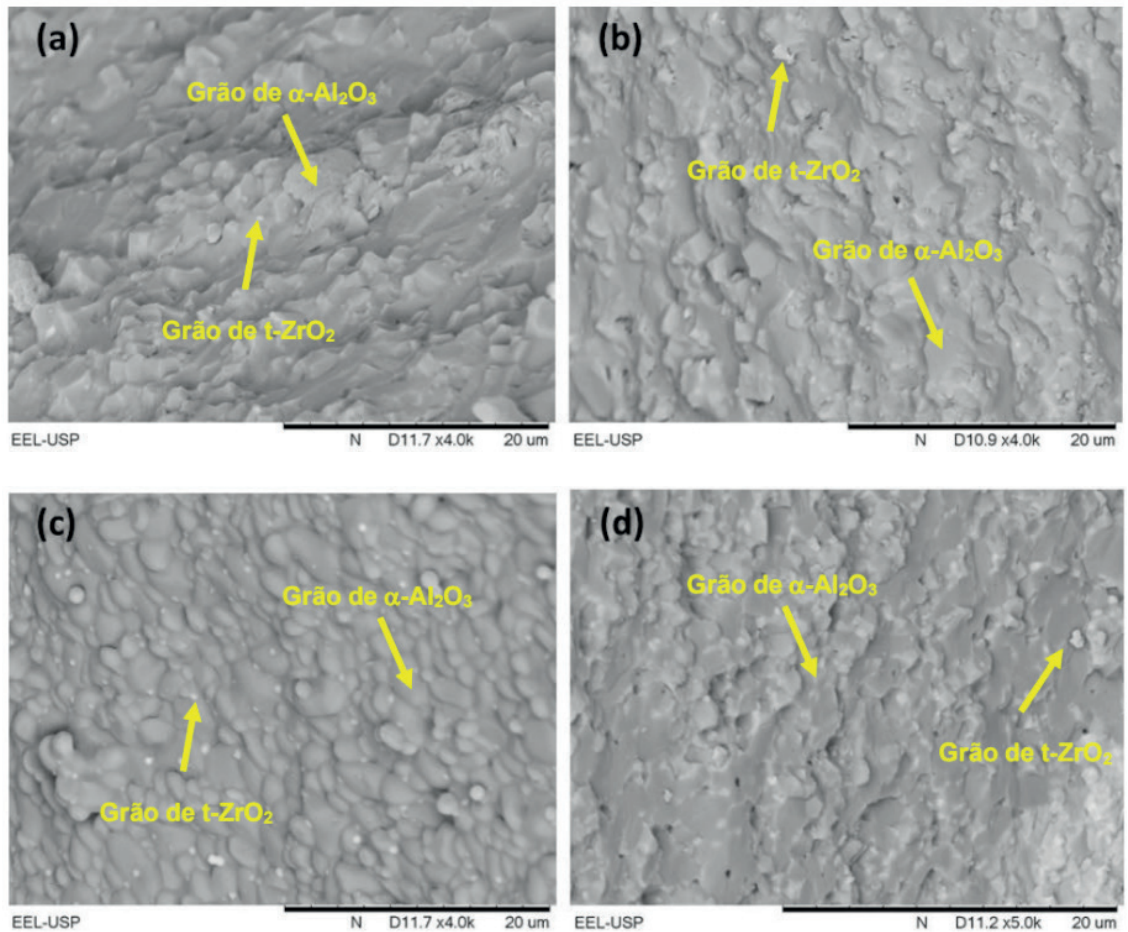


Figura 8 – Micrografias de fratura dos compostos com diferentes concentrações de  $ZrO_2(Y_2O_3)$ : (a) 3%p de  $ZrO_2$ ; (b) 5%p de  $ZrO_2$ ; (c) 10%p de  $ZrO_2$ ; (d) 15%p de  $ZrO_2$

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.

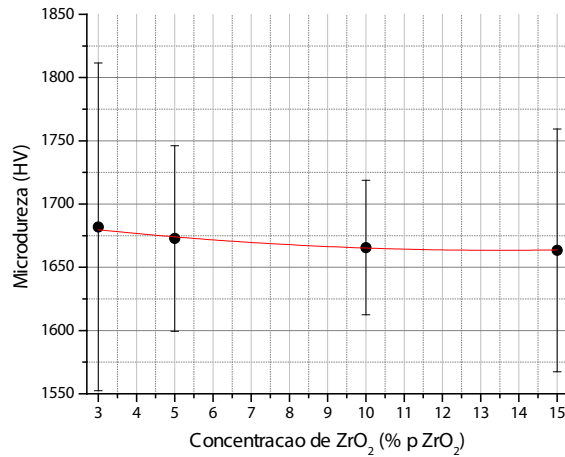


Figura 9 – Resultados de microdureza Vickers dos compostos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

Observa-se que o aumento da fração mássica de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada na matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 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 ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada.

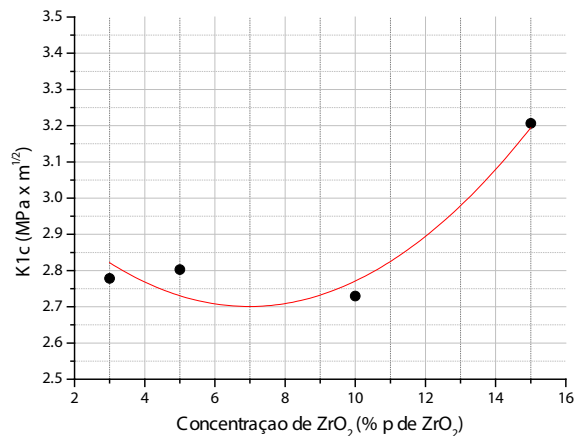


Figura 10 – Resultados de tenacidade à fratura dos compostos sinterizados à 1600°C por 2h com diferentes concentrações de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ao se propagar pode encontrar grãos de ZrO<sub>2</sub> causando a transformação de fase do grão de ZrO<sub>2</sub> 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> em relação a concentração de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) com o auxílio do software IMAGE J, determinou-se o diâmetro de Ferret das partículas dos compostos com diferentes proporções de

ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nanoparticulada.

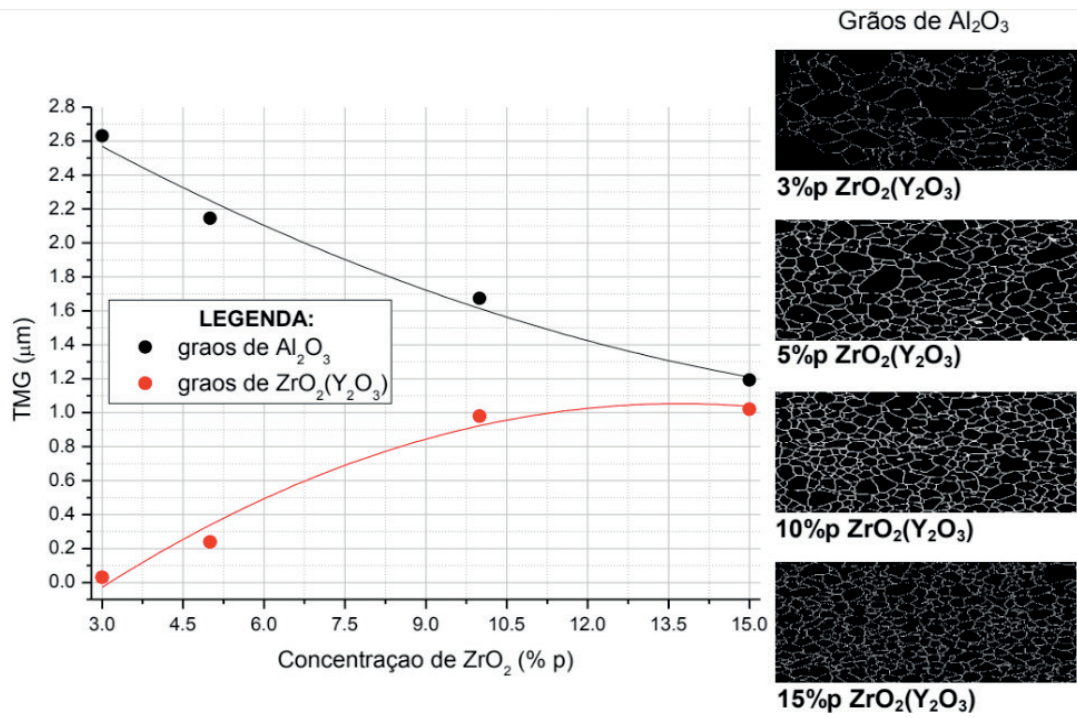


Figura 11 – Tamanho médio dos grãos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> em relação a concentração de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dos compostos

Os resultados das análises quantitativa do tamanho médio de grão, mostrado na Figura 11, mostrou uma redução que o tamanho médio da matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 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 ZrO<sub>2</sub>, respectivamente. Isso mostra que a adição e a dispersão de ZrO<sub>2</sub> inibiu o crescimento dos grãos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, confirmando os efeitos de crescimento de grãos em sistemas binários de cerâmicas<sup>(9)</sup>.

A análise estatística de Weibull dos compósitos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 1600°C por 2h é apresentada na Figura 12.

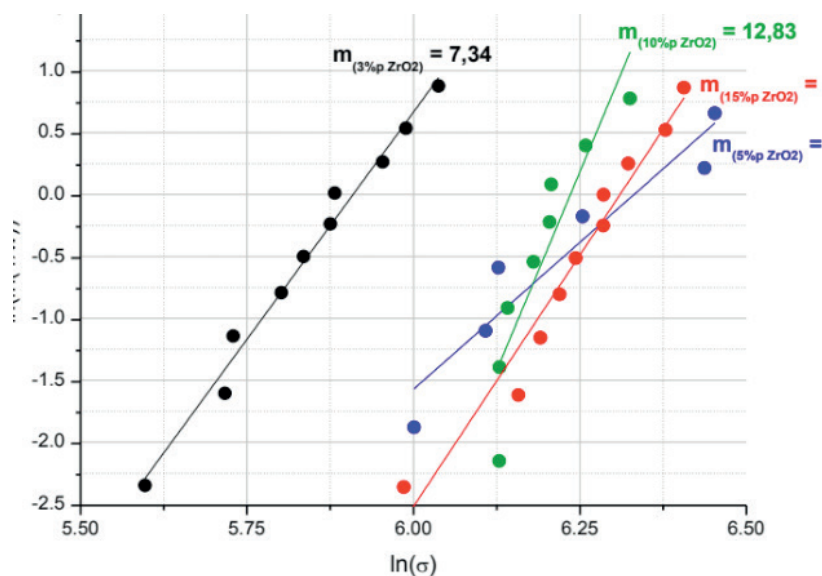


Figura 12 – Curva e módulo de Weibull dos compósitos sinterizados com diferentes concentrações de ZrO<sub>2</sub>(Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) à 1600°C por 2h

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<sup>(10-13)</sup>.

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

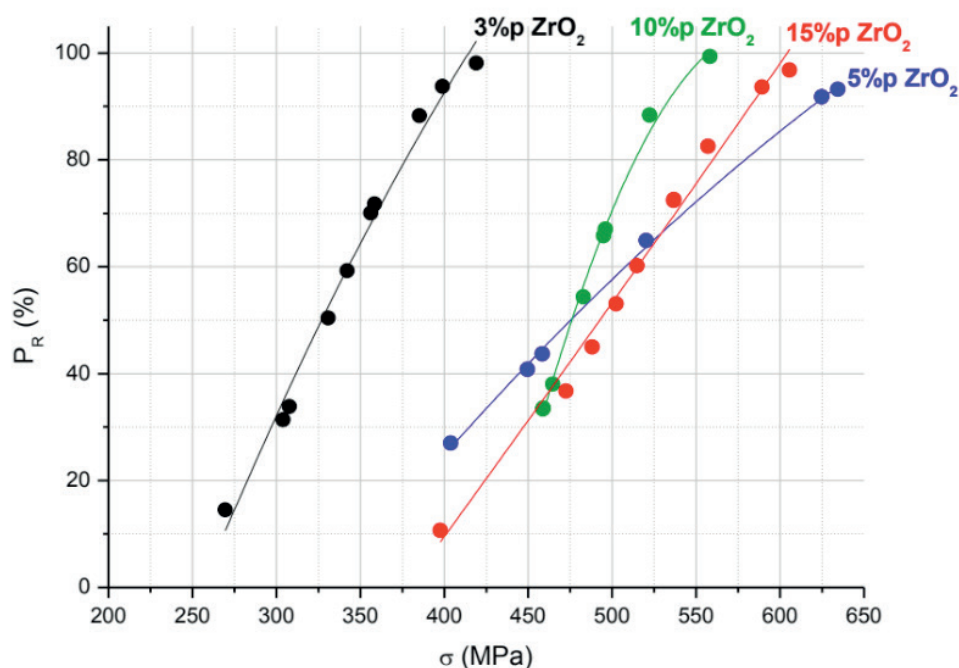


Figura 13 – Probabilidade de ruptura dos compostos submetidos a tensões de compressão após o ensaio de flexão biaxial

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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  romboédrica ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) e  $\text{ZrO}_2$  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  $\text{ZrO}_2$ , 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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e estresses gerados pelo a incompatibilidade térmica entre  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  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  $\text{ZrO}_2$  tetragonal estabilizado com  $\text{Y}_2\text{O}_3$** , 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub> 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

