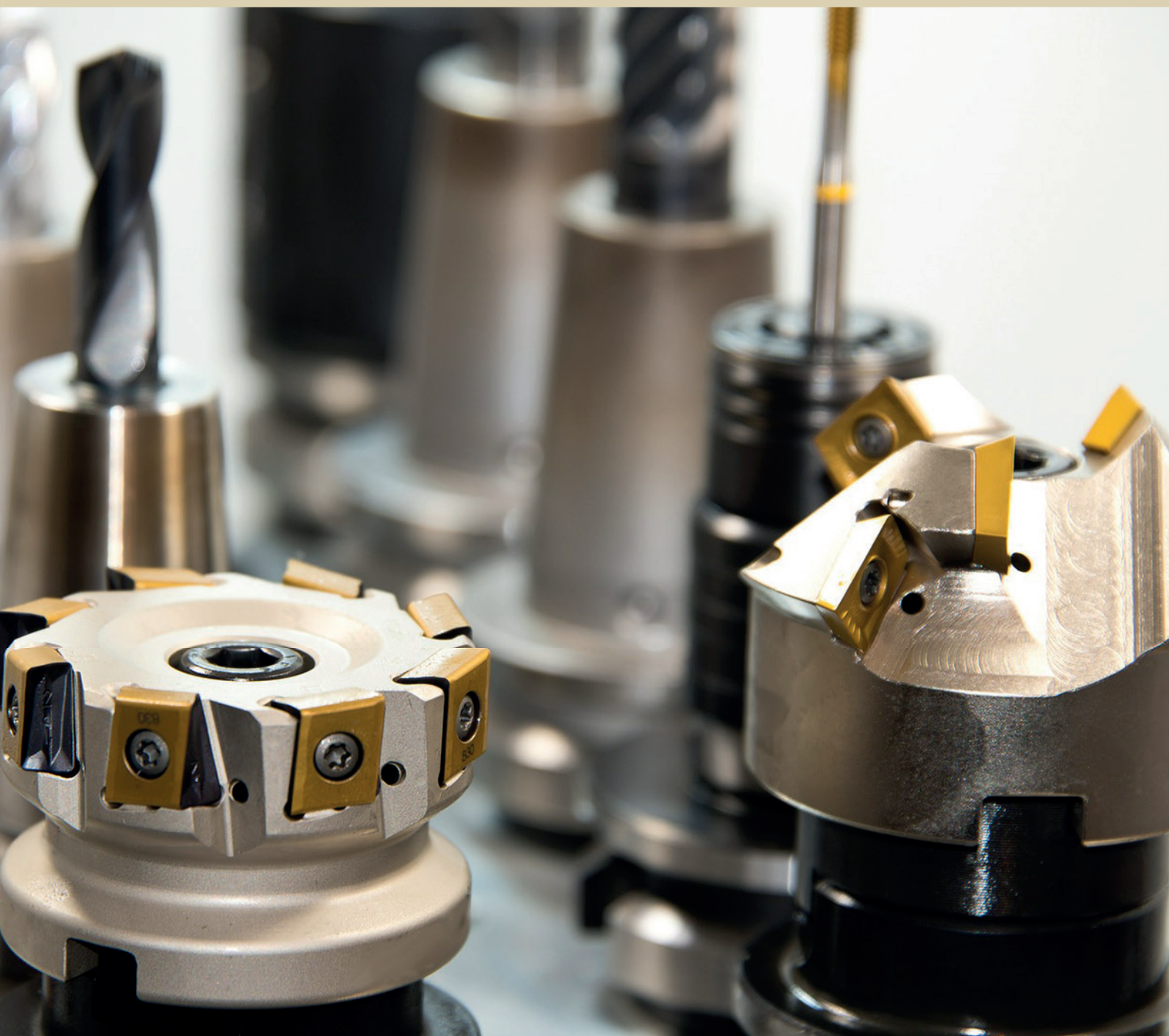


Ciência e Engenharia de Materiais

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

CAPÍTULO 1

COMPÓSITOS $Al_2O_3-ZrO_2$: PROCESSAMENTO E PROPRIEDADES MECÂNICAS

João Domingos Covello Carregosa

Universidade Federal de Sergipe - Departamento
de Ciência e Engenharia de Materiais
São Cristóvão – SE

Luiz Fernando Grespan Setz

Universidade Federal do ABC - Centro de
Engenharia, Modelagem e Ciências Sociais
Aplicadas
Santo André - SP

Rosane Maria Pessoa Betânio Oliveira

Universidade Federal de Sergipe - Departamento
de Ciência e Engenharia de Materiais
São Cristóvão – SE

RESUMO: As cerâmicas à base de alumina e de zircônia, sinterizadas com parâmetros adequados de processo, apresentam densidades altas e microestruturas controladas, tornando-as qualificadas para garantir um alto desempenho mecânico e promover redução de custo importante nos processos onde são utilizadas. No presente trabalho foram elaborados quatro diferentes formulações de compósitos a base de alumina, zircônia parcialmente estabilizada e zircônia estabilizada com céria. Em uma primeira etapa foi realizada a caracterização das matérias-primas através das técnicas de difração de luz laser e difração de raios X. Em seguida os corpos de prova foram sinterizados em atmosfera estagnada à 1550°C. As formulações propostas foram

avaliadas mecanicamente através de ensaios de dureza Vickers e resistência à compressão. Também foram realizados ensaios de absorção de água, porosidade aparente e densidade aparente do corpo sinterizado pelo método de Arquimedes. Os compósitos sinterizados foram caracterizados por difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura. Os resultados indicaram que a adição de zircônia na alumina aumenta consideravelmente as propriedades mecânicas do compósito.

PALAVRAS-CHAVE: Alumina, Zircônia, Sinterização, Caracterização, Propriedades Mecânicas

ABSTRACT: Ceramics based on alumina and zirconia, sintered with appropriate process parameters, present high densities and controlled microstructures, making them qualified to ensure high mechanical performance and promote significant cost reduction in the processes where they are used. In this work were developed four different formulations of composites based on alumina, partially stabilized zirconia and ceria stabilized zirconia. In a first stage the characterization of raw materials through Laser Diffraction and X-Ray Diffraction Techniques was performed. Then the specimens were sintered in stagnant 1550°C atmosphere. The proposed formulations were evaluated mechanically by testing Vickers Hardness and

Compressive Strength. Testing the water absorption and apparent porosity of the sintered body density by the Archimedes method were also realized. The sintered composites were characterized by X-ray Diffraction and Scanning Electron Microscopy techniques. The results indicate that the addition of zirconia in alumina significantly enhances the mechanical properties of the composite.

KEYWORDS: Alumina, Zirconia, Sintering, Characterization, Mechanical Properties

1 | INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos possuem interesse técnico e comercial devido ao seu desempenho químico, mecânico e térmico, cumprindo diversos requisitos de engenharia. O óxido de alumínio (alumina) é um dos principais representantes desta classe de materiais devido, por exemplo, a sua elevada tenacidade, dureza e densidade, podendo ser aplicado na produção de peças de alta tecnologia (Milak, Minatto et al. 2015).

Dentre os materiais cerâmicos avançados, as cerâmicas estruturais, como alumina e zircônia apresentam altas densidades e quando controladas as microestruturas, durante o processamento, garantem um alto desempenho mecânico (Ashby, Shercliff et al. 2013) A fase alfa alumina ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$), a mais estável da alumina, com caráter da ligação predominantemente iônica, tem uma variedade muito grande de aplicações, destaca-se por uma estrutura cristalina com poucos planos de escorregamento, tendo como características intrínsecas, dureza e módulo elástico elevados (Lee and Rainforth 1994). Devido a esta combinação de propriedades, este material é muito utilizado em estudos e aplicações de engenharia envolvendo resistências ao desgaste, à corrosão e mecânicas, enquanto a zircônia, adicionada de óxidos que possam formar solução sólida, como o CeO_2 e a Y_2O_3 , estabilizando a estrutura cristalina, contribui com resistência à corrosão, condutividade térmica baixa, altos valores de propriedades mecânicas (resistência à fratura, dureza, tenacidade à fratura, resistência ao choque térmico), índice de refração alto e condutividade iônica no estado sólido e em temperaturas altas (Gupta, Bechtold et al. 1977).

A adição de zircônia na alumina como aditivo de sinterização vem sendo estudada a longo tempo com objetivo de densificar as cerâmicas a base de alumina. Todavia, o conceito de tenacificação de cerâmicas de alumina por dispersão de partículas de zircônia em uma matriz somente foi reconhecida nos últimos 20 anos. A introdução de pequena quantidade de zircônia em alumina como aditivo de sinterização leva a formação de solução sólida a qual promove o processo de densificação pela introdução de defeitos (Wang and Stevens 1989).

Componentes fabricados com compósitos cerâmicos alumina – zircônia têm apresentado melhorias consideráveis nos valores de tensão de ruptura, de dureza e de tenacidade à fratura em relação às cerâmicas de alumina. Isto é atribuído ao mecanismo de tenacificação decorrente da transformação de fases cristalinas por

tensão externa aplicada. Com a propagação de trincas no corpo cerâmico, a estrutura cristalina das partículas de zircônia na região próxima da ponta de trinca transforma-se da fase tetragonal metaestável para fase monoclinica estável. Esta transformação aumenta o volume dos grãos de zircônia em aproximadamente 3 a 5 % resultando na ocorrência de tensões de compressão na matriz de alumina. Estas tensões atuam como barreiras energéticas que dificultam, ou mesmo impedem um posterior crescimento e propagação de trincas na matriz da cerâmica de alumina. Os compósitos cerâmicos de alumina – zircônia são mais caros do que as cerâmicas de alumina, porém a vida útil e desempenho mecânico dos componentes justificam este aumento de custo (De Aza, Chevalier et al. 2002).

O aumento da dureza e resistência mecânica nos compósitos cerâmicos de alumina-zircônia tem sido relatado como sendo proporcional à quantidade de ZrO_2 tetragonal (T) presente na cerâmica e a existência de uma relação direta entre a tenacidade à fratura e a tensão de ruptura e dureza superficial (Kelly and Denry 2008). Outro fator que influencia as propriedades mecânicas destes compósitos cerâmicos é o tamanho do grão de zircônia, que resulta na eficiência da transformação de fase e no desenvolvimento de microtrincas (Sasseron, Marchi et al. 2006). Desta forma, a produção de compósitos cerâmicos com matriz de alumina reforçada com zircônia, além de melhorar a sinterização e densificação, podem melhorar as propriedades estruturais do material, objetivando aplicações tribológicas.

2 | MATERIAIS E MÉTODOS

De modo a se comparar os efeitos da adição de zircônia na matriz de alumina, preparou-se quatro formulações, indicadas na Tabela 1. Os materiais de partida foram alfa alumina, zircônia monoclinica e zircônia estabilizada com céria, em forma de pó, fornecidos pela Cevipla Cerâmica & Equipamentos para Universidades Ltda. Inicialmente, foram realizadas medidas por difração à laser (Malvern, Mastersizer 2000) para análise de distribuição dos tamanhos de partícula dos pós. As formulações foram homogeneizadas em moinho planetário RETSCH modelo PM 100, utilizando copo de moagem de zircônia de 500 mL e 50 bolas (zircônia) de 10 mm de diâmetro, por 15 min à 300 rpm, massa fixa de 50 g para cada formulação.

Formulações das Amostras			
Composição Química	Al_2O_3	ZrO_2	$ZrO_2 - CeO_2$
Formulação A	100%	-	-
Formulação AZ	95%	5%	-
Formulação AZCe	95%	-	5%
Formulação AZZCe	90%	5%	5%

Tabela 1 - Formulações e suas proporções de matéria-prima

Após a homogeneização, cinco corpos de prova com cerca de 21,5g, de cada formulação foram conformados por prensagem uniaxial em prensa hidráulica, com tensão de 100 MPa, utilizando-se um molde metálico quadrado de 25mm. As espessuras dos corpos de prova foram de $14,0 \pm 0,5$ mm.

De modo a proporcionar maior resistência mecânica aos corpos de prova verde, para que pudessem ser manuseados antes da sua sinterização, adicionou-se um sistema ligante contendo álcool polivinílico (PVA) e etilenoglicol (EG). Para a preparação do ligante adicionou-se 9 g de PVA (Neon comercial Ltda., Brasil) em 135 mL de água destilada à 70°C, sob agitação magnética constante até completa solubilização do PVA. Após resfriamento da solução, adicionou-se 5,4 mL de EG (PM 62,07, ECIBRA-CETUS). Para cada formulação foram adicionados 8% em massa do ligante.

As amostras foram sinterizadas à 1550 °C, por 240 min, em forno elétrico (EDG modelo F1700-I). A curva de programação do forno está apresentada na Figura 1 onde as rampas de aquecimento estão designadas como R1, R2, R3 sendo, R1 a etapa para eliminação do ligante, R2 a etapa de pré-sinterização e R3 a etapa de sinterização, respectivamente.

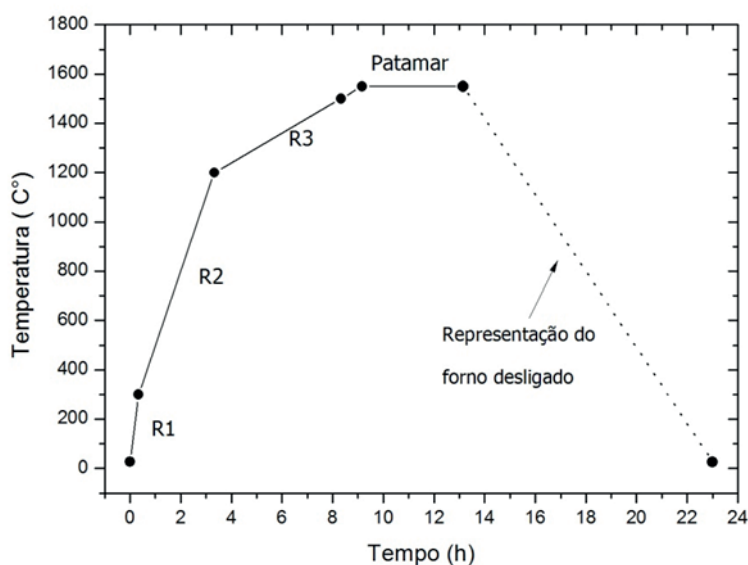


Figura 1 - Curva de programação do forno

As determinações da porosidade, absorção e densidade das amostras foram realizadas segundo o princípio de Arquimedes, pela norma ASTM C 373–88. Os valores da retração linear dos compósitos foram determinados por medidas efetuadas antes e após a sinterização com o auxílio de um paquímetro com resolução de 0,05 mm.

Os pós de partida e as amostras sinterizadas foram caracterizadas por difração de raios X (Shimadzu mod. LabX 6000) com fonte de radiação Cu-K α (1,54 Å), operando em 40 kV/ 30 mA, variando de 10° a 70°, modo de varredura contínua, passo de

1°min⁻¹. Os resultados foram interpretados através da comparação com difratogramas constantes do PDF2 – ICDD com auxílio do *Software X'Pert HighScore Plus* (Versão 2.0.1, Windows).

Medidas de dureza das amostras sinterizadas foram determinadas por meio de ensaio de dureza Vickers (Future-Tech modelo FV-700) de acordo com a norma ASTM C 1327-08. Por razões estatísticas, foram realizadas 20 impressões Vickers nas superfícies de cada uma das amostras. As propriedades mecânicas foram determinadas por meio de ensaio de resistência à compressão (Instron, modelo 3385H), utilizando-se velocidade de carregamento de 0,5 mm/min de acordo com a norma ASTM C133-2008. Foram ensaiados 5 corpos de prova de cada formulação.

As observações das morfologias dos pós de partida e das superfícies de fratura dos corpos de prova sinterizados foram realizadas por microscopia eletrônica de varredura (Jeol, modelo JCM-5700) com tensão de 15 kV, em modo de captura de elétrons secundários. Por serem isolantes, as amostras foram recobertas com ouro, depositado por metalização à plasma (Denton Vacuum, Desk V).

3 | RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Distribuição de tamanhos de partícula

Observando-se os gráficos das Figuras 2, 3 e 4 e os valores médios de tamanho de partículas mostrados na Tabela 2, pode-se notar que os pós precursores apresentaram valores de diâmetros médios muito próximos.

Em relação ao tamanho de partícula inicial para o pó de alumina foi obtido para 50% do material um valor de 4,11 μm . Para o pó de zircônia monoclinica, um tamanho de partícula para 50% do material de 7,26 μm foi observado. A amostras que apresentou maior tamanho de partícula a 50% foi a zircônia céria.

Em relação a distribuição granulométrica, uma polidispersidade de tamanho de partícula é observada para zircônia monoclinica e para a zircônia céria, sendo que a zircônia monoclinica apresentou um tamanho de partícula a 90%, 2 vezes menor que a zircônia céria. Uma distribuição bimodal, pode ser observado no gráfico da Figura 4, referente ao pó de alumina.

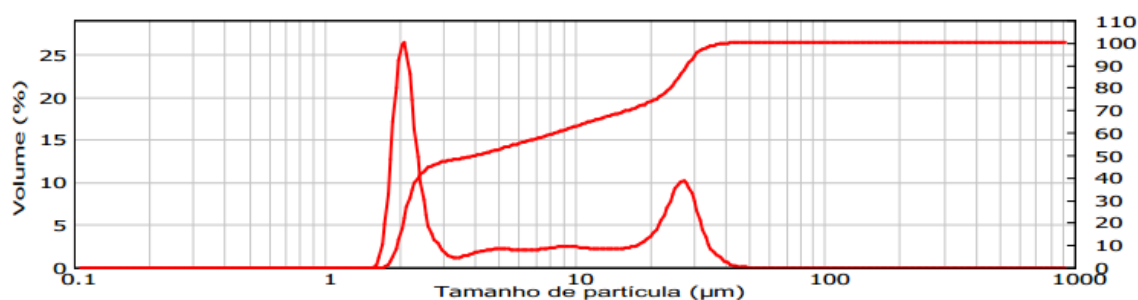


Figura 2 - Distribuição de tamanho de partícula zircônia céria

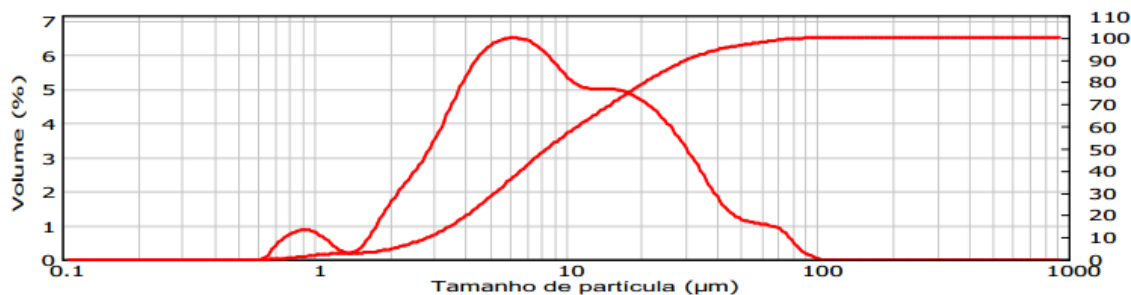


Figura 3 - Distribuição de tamanho de partícula da zircônia monoclinica

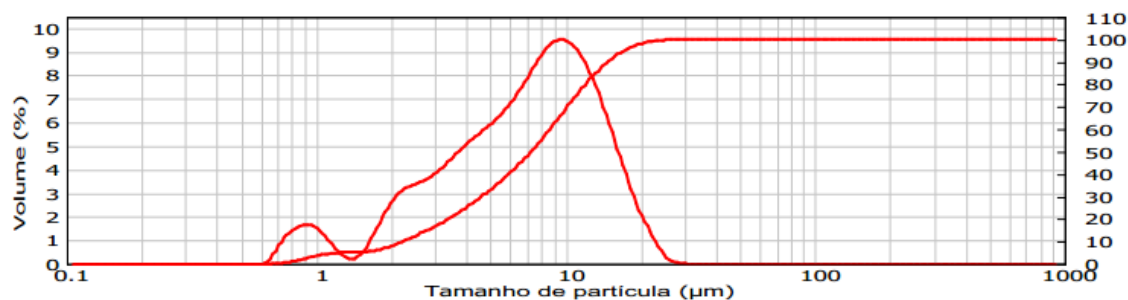


Figura 4 - Distribuição de tamanho de partícula alumina reativa

Composição	Diâmetro em 10% (µm)	Diâmetro em 50% (µm)	Diâmetro em 90% (µm)	Diâmetro Médio
Al ₂ O ₃	1,96	4,11	28,32	11,46
ZrO ₂	2,22	7,26	14,73	8,07
ZrO ₂ -CeO ₂	2,84	8,47	30,38	13,90

Tabela 2 – Diâmetro de partícula médio dos pós utilizados neste trabalho

3.2 Caracterização Microestrutural das Amostras Sinterizadas

Analisando os difratogramas podemos perceber que para a formulação A os picos apresentados (Figura 5) correspondem ao PDF 71-1125 para Alumina – Romboédrico. A formulação AZ os picos apresentados (Figura 6) correspondem ao PDF 71-1125, PDF 83-0940, PDF 80-2156 respectivamente para Alumina – Romboédrico, Zircônia – Monoclínico, Zircônia – Tetragonal, evidenciando que a sinterização foi efetiva para a temperatura de 1550°C já que existe uma fração de zircônia tetragonal retida após a sinterização, a fase monoclínica ainda permanece presente, uma vez que na temperatura ambiente está é a estrutura mais estável, seria necessário adição de algum óxido estabilizante para tornar a fase tetragonal estável a temperatura ambiente, dessa forma o composto formado trata-se de uma alumina-zircônia parcialmente estabilizada

Para o difratograma de raios X da formulação AZCe (Figura 7), PDF 48-0366 e PDF 28-0271 respectivamente para Alumina – Romboédrico, e Zircônia Céria – Cúbico, podemos perceber que a zircônia estabilizada com céria não mudou de fase, o que já era esperado já que o óxido de cério é adicionado a zircônia com o intuito de aumentar a sua estabilidade, diminuindo assim a probabilidade de ocorrer alguma transição

de fase. Podemos perceber também que a intensidade dos picos no sistema Cúbico, que correspondem a ZrO_2-CeO_2 , é bem menor que os picos no sistema Romboédrico, isto ocorre porque em um difratograma de raios X a intensidade do pico é diretamente proporcional à concentração das espécies, e quantidade de massa de ZrO_2-CeO_2 contida nessa amostra é de apenas 5%.

Para a formulação AZZCe os picos apresentados (Figura 8) correspondem ao PDF 71-1127, PDF 80-2156 e PDF 38-1439 respectivamente para Alumina – Romboédrico, Zircônia – Tetragonal, e Zircônia Céria – Cúbico, o que pode evidenciar que óxido de cério presente na zircônia estabilizada pode ter influenciado também para a estabilização da fase tetragonal da zircônia a temperatura ambiente.

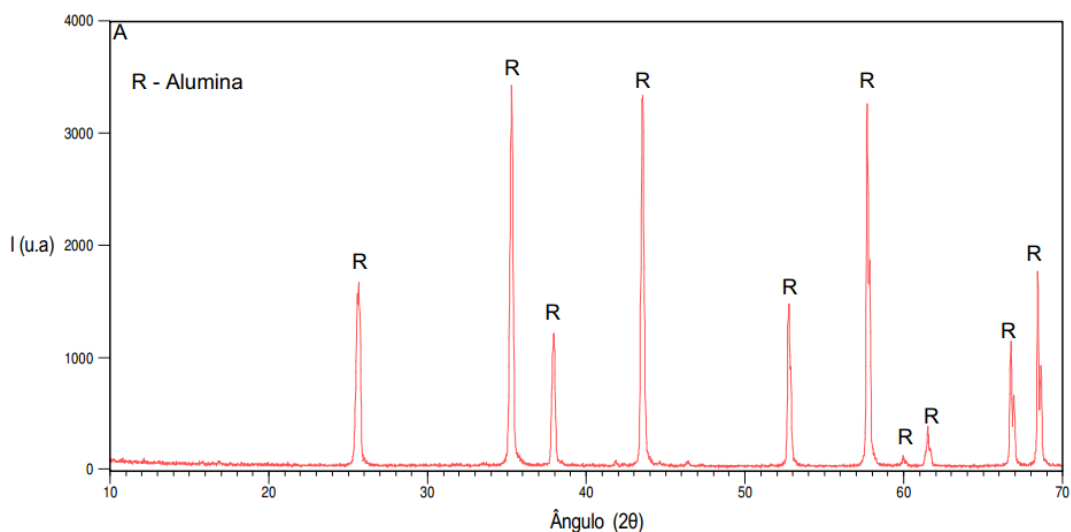


Figura 5 - Difratograma de raios X da formulação AZCe

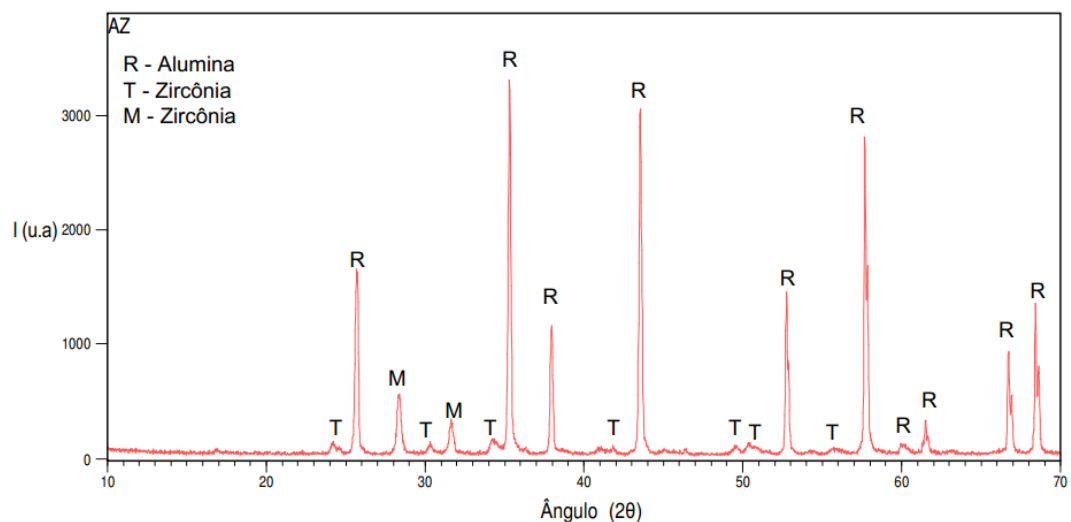


Figura 6 - Difratograma de raios X da formulação AZCe

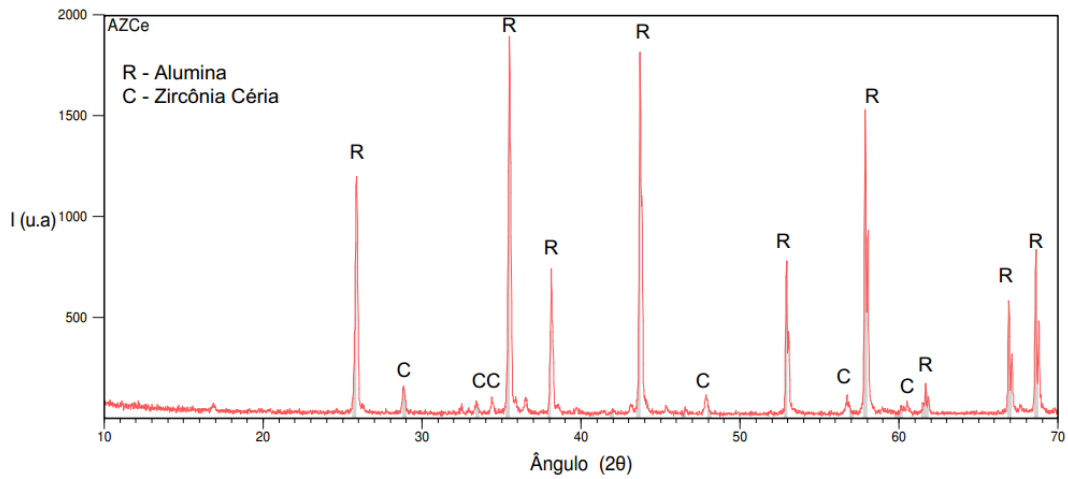


Figura 7 - Difratoograma de raios X da formulação AZCe

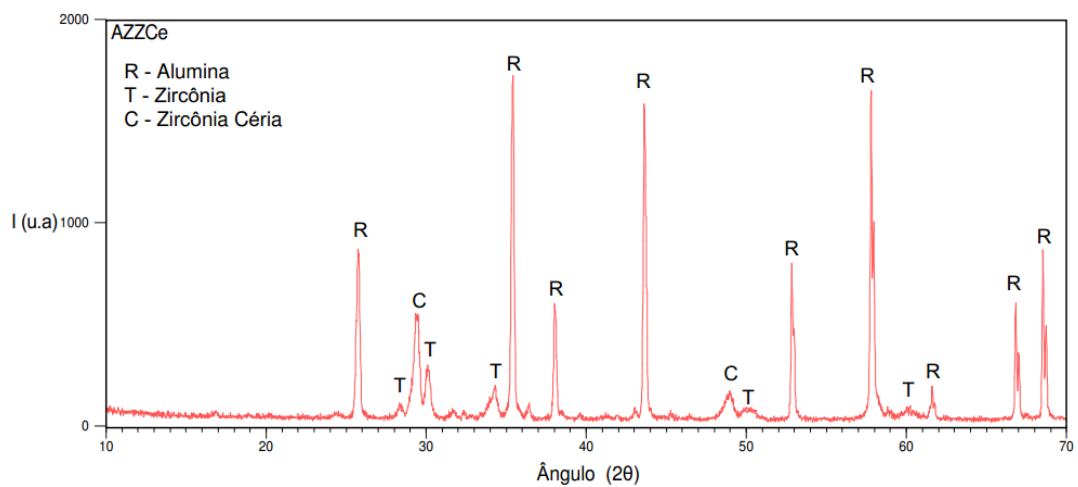


Figura 8 - Difratoograma de raios X da formulação AZCe

3.3 Porosidade Aparente, Absorção de Água e Densidade Aparente

Para observar algumas propriedades das cerâmicas como a porosidade aparente, densidade aparente e absorção de água utilizou-se o método de Arquimedes (imersão em água). Os resultados coletados nesta experiência estão representados na Tabela 3.

Formulação	Método de Arquimedes			
	A	AZ	AZZCe	AZCe
Massa Seca (D)	20,24±0,04	21,41±0,05	21,30±0,08	21,33±0,08
Massa Imersa (S)	15,02±0,04	16,03±0,05	15,90±0,08	15,99±0,08
Massa Saturada (M)	20,26±0,04	21,45±0,05	21,41±0,08	21,55±0,08

Tabela 3 – Dados coletados segundo a Norma ASTM C C373–88

Com os dados obtidos da Tabela 3, foi possível obter os valores de porosidade aparente, densidade aparente e absorção de água que estão representados na tabela 5. Nos cálculos seguintes, supomos que 1 cm³ de água pesa 1 g.

- Cálculo do volume externo, em cm³:

$$V = M - S$$

- Cálculo do volume de poros abertos, em cm³ :

$$V_{op} = M - D$$

- Cálculo da porosidade aparente, expresso em porcentagem:

$$Pa = \left[\frac{M - D}{V} \right] \times 100$$

- Cálculo da absorção de água, expresso em porcentagem:

$$Aa = \left[\frac{M - D}{D} \right] \times 100$$

- Cálculo da densidade aparente, g/cm³:

$$Da = \frac{D}{(M - S)} \cdot \rho L$$

Onde:

D = Massa seca

S = Massa imersa

M = Massa saturada

ρL = Densidade do Líquido (água) (g/cm³).

Método de Arquimedes				
Amostra	A	AZ	AZZCe	AZCe
Volume Externo (cm ³)	5,242	5,416	5,513	5,553
Volume de Poros Abertos (cm ³)	0,022	0,035	0,105	0,213
Porosidade Aparente (%)	0,426	0,652	1,904	3,844
Absorção de Água (%)	0,110	0,165	0,492	1,000
Densidade Aparente (g/cm ³)	3,878	3,980	3,940	3,996

Tabela 4 – Resultados obtidos Tabela segundo a Norma ASTM C C373–88

Dessa forma, a amostra AZCe apresentou uma diferença considerável de porosidade aparente e absorção de água em relação as outras amostras, apresentando um valor 9 vezes maior que a amostra A. Esse fato pode prejudicar consideravelmente

a resistência mecânica deste composto. Esta amostra obteve uma maior densidade aparente, o que já era esperado já que pela análise granulométrica a zircônia céria apresenta uma maior dispersão de tamanho de partícula, variando uniformemente de 1 a $100\mu\text{m}$.

A amostra que obteve melhores resultados com relação a porosidade aparente e absorção de água neste teste foi a A, onde estes foram menores que os obtidos para as outras amostras, mas apesar disso sua densidade aparente foi a menor de todas esse fato pode estar associado a um mal empacotamento das partículas, já que pela análise granulométrica obtivemos uma curva bimodal de tamanhos de partícula.

3.4 Retração Linear

Os valores da retração linear das cerâmicas foram obtidos utilizando medições do comprimento das amostras. Estas medidas foram efetuadas antes e após a sinterização utilizando – se um paquímetro com resolução de 0,05 mm. Levando em conta que antes da sinterização todas as amostras apresentam as mesmas dimensões longitudinais (25 mm), o valor percentual de retração pode ser observado na Tabela 5.

Amostra/Corpo de Prova	Retração Linear			
	A (mm)	AZ (mm)	AZCe (mm)	AZZCe (mm)
a	21,40	21,40	21,35	21,70
b	21,40	21,45	21,50	21,65
c	21,20	21,50	21,45	21,70
d	21,35	21,45	21,45	21,65
e	21,35	21,45	21,50	21,70
Média	21,34	21,45	21,45	21,68
Desv. Pad	0,07	0,03	0,05	0,02
Retração (mm)	$3,66\pm 0,07$	$3,55\pm 0,03$	$3,55\pm 0,05$	$3,32\pm 0,02$
Retração (%)	14,64	14,20	14,20	13,28

Tabela 5 – Retração linear das amostras após sinterização

A formulação AZZCe que possui uma maior quantidade de ZrO_2 (10%) foi a que apresentou menor retração linear. Como existe uma maior dispersão de partículas nessa formulação, este resultado está coerente com o esperado.

3.5 Ensaio de Dureza

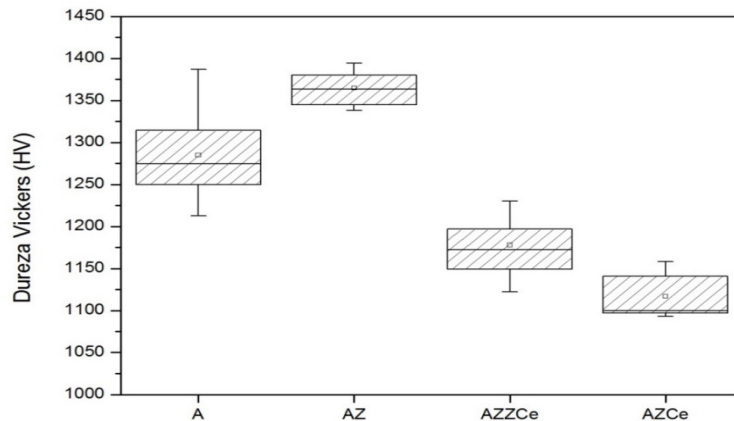


Figura 9 - Distribuição de valores de dureza Vickers (HV_{30}) dos compostos Al_2O_3 (100%) (A), Al_2O_3 (95%) + ZrO_2M (5%) (AZ), Al_2O_3 (90%) + ZrO_2M (5%) + ZrO_2-CeO_2 (5%) (AZZCe), Al_2O_3 (95%) + ZrO_2-CeO_2 (5%) (AZCe). As extremidades de cada *box-plot* correspondem ao primeiro e terceiro quartis e a linha dentro do box representa a mediana.

Com a finalidade de observar a dispersão de valores de dureza Vickers (HV_{30}) e compará-la entre as 4 formulações, foi construído um gráfico tipo *box-plot* (Figura 9) onde podemos analisar estatisticamente os resultados obtidos.

A dureza mede a resistência à penetração de um material duro em relação a outro. Um material com uma dureza maior é um material mais resistente ao desgaste, revelando que este material provavelmente apresenta valores melhores em relação à resistência a deformação, a densificação e fratura do material. Analisando *box plot* podemos perceber que a amostra AZ se destacou apresentando uma menor variabilidade de resultados além de uma dureza Vickers maior que as demais, isso comprova o fato que é observado na literatura, quando a zircônia tetragonal é solicitada mecanicamente ela muda de fase o que ocasiona uma expansão volumétrica que provoca uma deformação compressiva na matriz da cerâmica retardando a propagação da trinca.

Ensaio de Dureza Vickers				
Amostras	Média	Desv. Padrão	Resultado (HV_{30})	Resultado (Gpa)
A	1285	49	1285 ± 49	$13,11 \pm 0,49$
AZ	1365	20	1365 ± 20	$13,92 \pm 0,20$
AZCe	1178	33	1178 ± 33	$12,02 \pm 0,33$
AZZCe	1117	23	1117 ± 23	$11,39 \pm 0,23$

Tabela 6 - Média e Desvio Padrão do ensaio de dureza Vickers

As imagens da Figura 10 representam indentações deixadas na superfície dos corpos de prova de A, AZ, AZZCe e AZCe respectivamente, quando aplicada uma carga de 30Kgf, com um aumento de X200, no Microscópio Óptico.

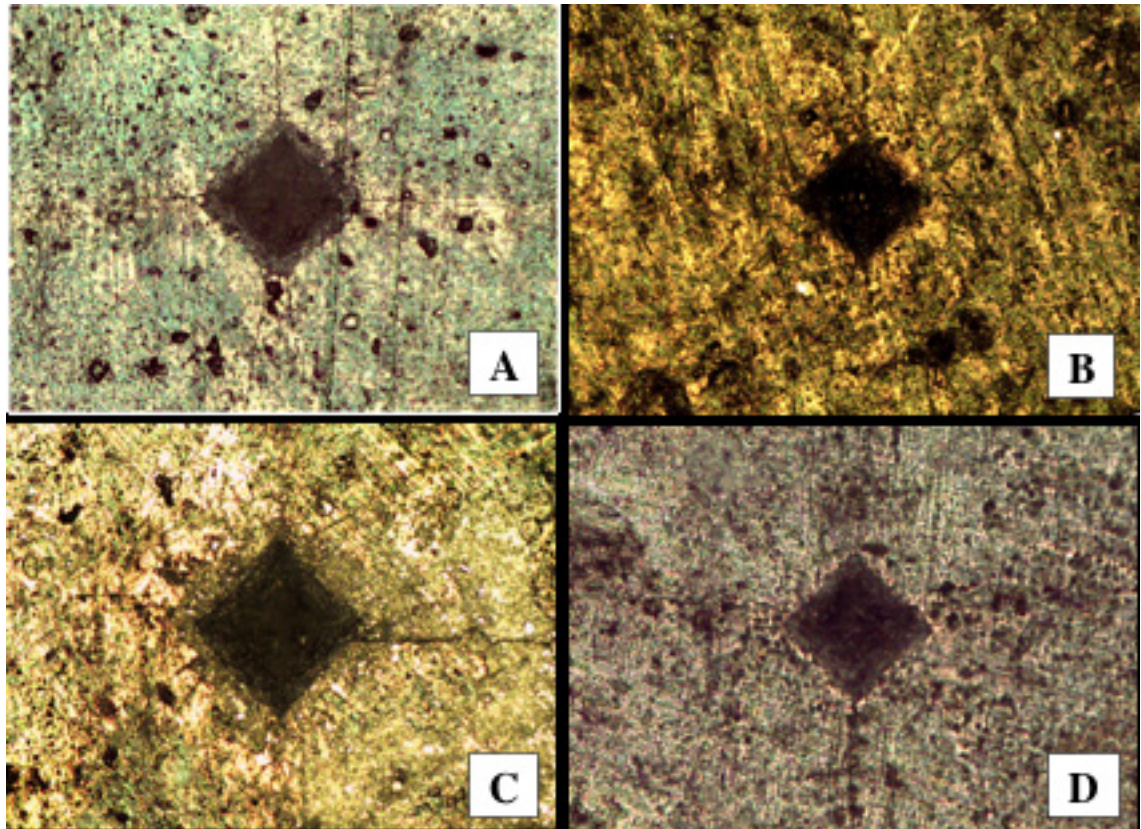


Figura 10 - Indentação observada no MO após ensaio de dureza Vickers para formulação A (A), formulação AZ (B), formulação AZCe (C), formulação AZZCe (D).

3.6 Ensaio de Resistência a Compressão

Foram realizados ensaios de compressão em 20 corpos de prova, 5 de cada composição, os resultados obtidos estão ilustrados na Figura 11, onde podemos observar o limite de resistência a compressão das amostras.

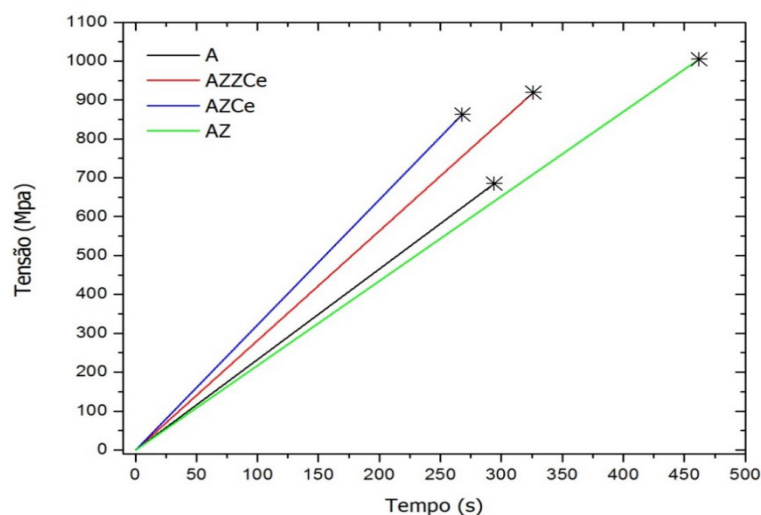


Figura 11 - Média dos dados obtidos no ensaio de compressão das amostras

Percebe-se que o compósito AZ apresentou o maior limite de resistência a compressão dentre as amostras, a partir da Tabela 4, podemos comparar a intensidade

média da carga aplicada em cada amostra.

A amostra AZ foi a mais eficaz neste ensaio, o que corrobora com os resultados de dureza obtidos, devido ao mecanismo de tenacificação da zircônia por transformação de fase.

Estes valores também corroboram com os resultados obtidos pelo método de Arquimedes, pois sabemos que a resistência mecânica é fortemente influenciada pela presença de defeitos (poros) na microestrutura, os poros são prejudiciais para a resistência dos materiais cerâmicos porque reduzem a área da seção transversal, através da qual é aplicada a carga e, conseqüentemente, fazem com que haja redução da tensão máxima que o material pode suportar.

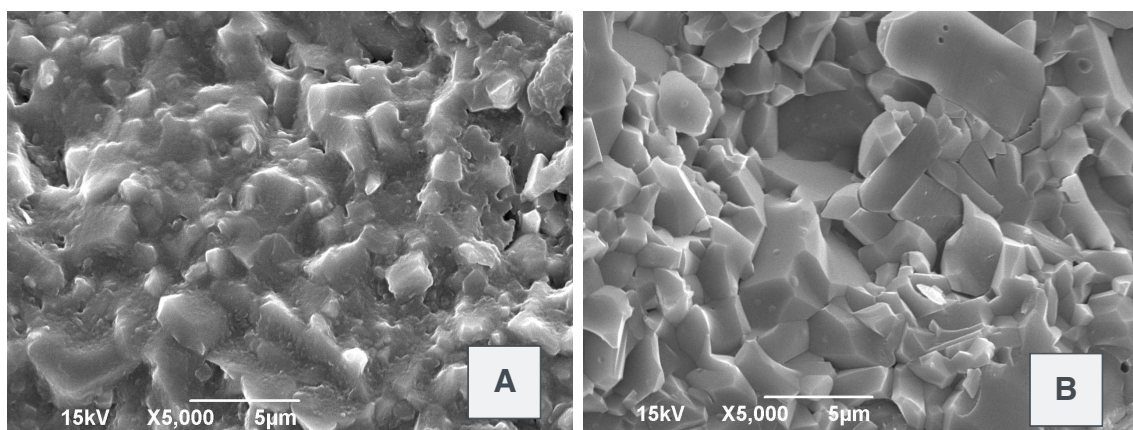
Ensaio de Compressão		
Amostra	σ máx (MPa)	Carga (KN)
A	685	176,3
AZ	1005	262,5
AZCe	862	220,2
AZZCe	920	242,5

Tabela 7 – Resultados obtidos no ensaio de compressão

3.7 Análise Morfológica

As amostras fraturadas foram submetidas a microscopia eletrônica de varredura e as imagens obtidas estão ilustradas abaixo (Figura 12). A análise morfológica da área de fratura, utilizando MEV, sugere uma relação entre as imagens e os resultados estatísticos dos ensaios de resistência à compressão e dureza dos compósitos analisados. As micrograficas mostraram que a amostra AZ apresentou menor porosidade e distribuição mais homogênea em relação às outras amostras.

As imagens corroboram com os resultados obtidos pelo método de Arquimedes, onde obtivemos valores de porosidade aparente de 0,426% para A, 0,652% para AZ, 1,904 para AZCe e 3,844 para AZZCe



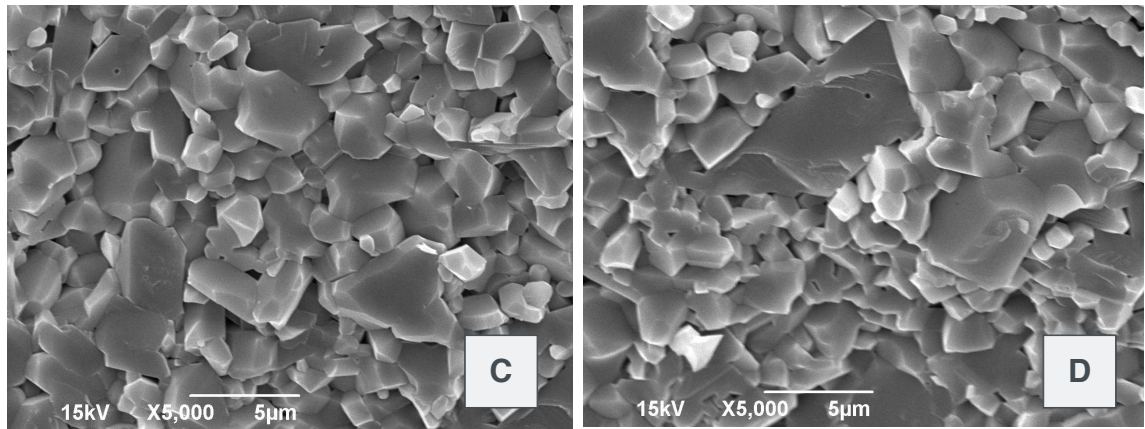


Figura 12 – Superfície de fratura das amostras: formulação A (A), formulação AZ (B), formulação AZCe (C), formulação AZZCe (D).

4 | CONCLUSÕES

As análises de difração de luz laser revelaram uma notável distribuição granulométrica para as zircônias e uma distribuição bimodal para alumina, o que conferiu melhores resultados de densificação para os compósitos alumina-zircônia em comparação a alumina pura. O difratograma da formulação AZ indicou a presença de uma fração de zircônia tetragonal retida após a sinterização. O difratograma da formulação AZCe indicou que não ocorreu transição de fase na zircônia cúbica. O difratograma da formulação AZZCe indicou a presença de zircônia cúbica e transição de toda fase de zircônia tetragonal para monoclinica.

O método de Arquimedes foi eficiente e de extrema importância para compreensão dos resultados obtidos nos ensaios mecânicos. A formulação AZZCe que possui uma maior quantidade de zircônia (10%) foi a que apresentou menor retração linear. No ensaio de dureza, a formulação AZCe apresentou um valor de 13,9 GPa, um aumento de aproximadamente 6% em relação à alumina pura. Quando a zircônia tetragonal é solicitada mecanicamente ocorre uma transição de fase que resulta em uma expansão volumétrica e provoca uma deformação compressiva na matriz do compósito retardando a propagação da trinca.

A formulação AZ obteve o maior limite de resistência à compressão dentre as amostras, um aumento de aproximadamente 32% em relação a alumina pura. As análises morfológicas corroboraram com os resultados obtidos neste trabalho.

5 | AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a CAPES, CNPq e a FAPITEC/SE pelo auxílio financeiro.

REFERÊNCIAS

Ashby, M. F., et al. (2013). **Materials: engineering, science, processing and design**, Butterworth-Heinemann.

De Aza, A., et al. (2002). **“Crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses.”** *Biomaterials* **23**(3): 937-945.

Gupta, T., et al. (1977). **“Stabilization of tetragonal phase in polycrystalline zirconia.”** *Journal of Materials Science* **12**(12): 2421-2426.

Kelly, J. R. and I. Denry (2008). **“Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview.”** *Dental materials* **24**(3): 289-298.

Lee, W. E. and M. Rainforth (1994). **Ceramic microstructures: property control by processing**, Springer Science & Business Media.

Milak, P., et al. (2015). **“Wear performance of alumina-based ceramics-a review of the influence of microstructure on erosive wear.”** *Cerâmica* **61**(357): 88-103.

Sasseron, C., et al. (2006). **Sinterização de cerâmicas à base de alumina, zircônia e titânia.** *Anais do 50º Congresso Brasileiro de Cerâmica*, Blumenau.

Wang, J. and R. Stevens (1989). **“Zirconia-toughened alumina (ZTA) ceramics.”** *Journal of Materials Science* **24**(10): 3421-3440.

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

