SINTERIZAÇÃO EM ETAPAS DE NANOCOMPÓSITOS ALUMINA-ZIRCÔNIA E ZIRCÔNIA-ALUMINA

Davi Favero (CNPq), Christiane Lago Ojaimi, Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientador), e-mail: adrianachinelatto@gmail.com

Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais.

Engenharia de Materiais, Materiais Cerâmicos.

Palavras-chave: Sinterização, crescimento de grão, alumina, zircônia.

Resumo

Existem diversos mecanismos para controlar a microestrutura de materiais cerâmicos, um desses mecanismos é a sinterização em etapas, na qual por meio de vários patamares de queima consegue-se controlar a densificação e o crescimento de grão da cerâmica. Para que isso aconteça, o material é primeiro submetido a uma alta temperatura, por um pequeno intervalo de tempo, e após é levado a uma menor temperatura, onde se mantém por período de tempo maior. Para o sucesso da sinterização em etapas é necessária uma boa seleção dos patamares de queima. Neste trabalho foi estudada a sinterização em etapas de nanocompósitos de matriz de alumina com 5% em volume de inclusões nanométricas de zircônia e nanocompósitos com matriz de zircônia com 5% em volume de inclusões nanométricas de alumina. Observou-se que as curvas de sinterização em etapas utilizadas foram efetivas para o controle do crescimento de grãos dos nanocompósitos.

Introdução

Um dos métodos utilizados para controlar a microestrutura de materiais cerâmicos é a sinterização em etapas, que envolve utilizar patamares de queima para controle da densificação e crescimento de grão [1]. A partir desses patamares pode-se explorar a diferença da cinética que envolve a mobilidade do contorno do grão e a difusão pelo contorno de grão favorecendo o mecanismo de densificação e suprimindo/minimizando o crescimento de grão, a fim de obter um corpo cerâmico denso com uma microestrutura mais homogênea e refinada [2].

Para alcançar esse controle o material é submetido a um patamar a alta temperatura, por um curto período e logo após, a temperatura é reduzida e mantida nesta condição. Quando o aquecimento a alta temperatura é realizado, os contornos de grão são travados por outros contornos, em junções tríplices. Para que isso ocorra, uma densidade crítica deve ser alcançada para que ocorram junções triplas suficientes no corpo cerâmico. Nesta etapa ocorre então o travamento/congelamento estrutural do material, as junções triplas vão inibir o crescimento de grão, e os poros tornam-se instáveis a retração [2-5]. O rápido resfriamento para uma faixa de temperatura crítica, chamada de “janela cinética”, permite que a densificação ocorra e o crescimento de grão seja interrompido; com isso os poros podem retrair a uma temperatura mais baixa de sinterização. Como a cinética nesta etapa é mais lenta, o material deve ficar exposto por um período mais prolongado na temperatura da segunda etapa [2,3].

Neste trabalho foi estudada a sinterização em etapas de nanocompósitos de matriz de alumina com 5% em volume de inclusões nanométricas de zircônia e nanocompósitos com matriz de zircônia com 5% em volume de inclusões nanométricas de alumina.

Material e Métodos

Para a produção dos nanocompósitos foram utilizados pós comerciais de zircônia (ZrO_2) estabilizada na fase tetragonal com 3 % em mol de Y_2O_3 (TZ-3Y-E) submicrométrica, marca Tosoh (Japão), alumina (Al_2O_3) AKP-53 da Sumitomo Chemicals (Japão) submicrométrica; ZrO_2 nanométrica estabilizada na fase tetragonal com 3 % em mol de Y_2O_3, marca Nanostructural & Amorphous Materials e Al_2O_3 nanométrica da marca Nanostructural & Amorphous Materials.O nanocompósito com matriz de Al_2O_3 com adição de 5% em volume de inclusões nanométricas de ZrO_2 (A5Z) utilizado foi produzido no projeto anterior. O nanocompósito com matriz de ZrO_2 com adição de 5% em volume de inclusões nanométricas de Al_2O_3 (Z5A) foi produzido utilizando o seguinte procedimento: para realizar a quebra de aglomerados e dispersão do pó nanométrico de Al_2O_3, fez-se uso do ultrassom de ponta, com incidência de 2 min em pulsos de 59 s alternados com pausas de 30 s, na potência de 350W. A ZrO_2, por sua vez, foi dispersa no agitador mecânico. Ambas as suspensões foram preparadas em água destilada utilizando com 2 % e 0,5 % em peso de dispersante (PAA) para a Al_2O_3 e ZrO_2, respectivamente. A suspensão de Al_2O_3 foi adicionada a suspensão de ZrO_2 por gotejamento. A suspensão resultante foi então submetida ao processo de liofilização.

Os corpos de prova foram conformados por prensagem uniaxial, seguido de prensagem isostática, em um molde de 6 mm de diâmetro. As temperaturas de queima foram determinadas a partir de análises de dilatometria dos nanocompósitos. Para o nanocompósito Z5A foi realizada a sinterização a 1465 °C/5 min – 1415°C/120min e para o nanocompósito A5Z foi realizada a sinterização a 1515 °C/5 min – 1485 °C/120 min. Para comparação também foi realizada a sinterização em uma etapa na temperatura de 1550 °C por duas horas, a taxa de aquecimento utilizada foi de 15 °C/min.

Após a sinterização, os corpos de prova foram caracterizados por densidade aparente e porosidade aparente, feita pelo método de imersão em líquido baseado no Princípio de Arquimedes. A análise microestrutural foi feita por microscopia eletrônica de varredura (MEV), e para isso, as amostras foram devidamente lixadas e polidas e então realizado o ataque térmico com temperatura de 100 °C inferior ao maior patamar da sinterização por 10 minutos. A partir das micrografias foi determinado o tamanho médio de grão da Al_2O_3 e da ZrO_2, utilizando o software Image J.

Resultados e Discussão

A Tabela 1 apresenta os resultados de densidade aparente, densidade relativa (dada em % da densidade teórica, %DT) e porosidade aparente dos nanocompósitos A5Z e Z5A, sinterizados em duas etapas e em 1 etapa, para comparação.

Analisando os resultados apresentados na tabela 1, pode se observar que que a sinterização em duas etapas resultou em uma densidade relativa menor, para os dois nanocompósitos estudados. Isso deve se ao fato da temperatura de

sinterização do maior patamar na sinterização em etapas ser inferior à temperatura de sinterização do nanocompósitos em uma etapa.

Tabela 1 – Resultados de densidade aparente, densidade relativa e porosidade aparente para os nanocompósitos A5Z e Z5A nas duas condições de sinterização.

	Condição de queima	Densidade aparente (g/cm^3)	Densidade relativa (%DT)	Porosidade aparente (%)
A5Z	1 etapa	4,05±0,01	99,29	1,74±0,36
	2 etapas	3,97±0,01	97,20	2,32±0,23
Z5A	1 etapa	5,79±0,01	97,38	3,35±1,31
	2 etapas	5,71±0,04	96,06	2,32±0,23

Por outro lado, a sinterização em duas etapas permitiu um controle do crescimento de grão, como pode ser observado na tabela 2.

Tabela 2 –Tamanhos médios de grão dos nanocompósitos A5Z e Z5A, nas duas condições de sinterização.

	1 etapa		2 etapas	
A5Z	Alumina (µm)	Zircônia(µm)	Alumina (µm)	Zircônia (µm)
	1,07±0,46	0,33±0,18	0,80±0,38	0,29±0,139
Z5A	Zircônia (µm)	Alumina (µm)	Zircônia (µm)	Alumina (µm)
	0,65±0,23	1,13±0,69	0,38±0,13	0,62±0,42

A sinterização em etapas resultou em uma boa redução de tamanho de grão da matriz de Al_2O_3– do nanocompósito A5Z sendo que a redução foi cerca de 25%. Para o nanocompósito Z5A, o refino da microestrutura foi ainda mais efetivo, com o tamanho de grão da matriz de ZrO_2 na sinterização em etapas chegando a atingir quase metade do tamanho de grão da matriz da sinterização convencional. Esse resultado mostra que a escolha das temperaturas dos patamares foi eficiente para o controle do crescimento de grão.

As figuras 1 e 2 apresentam um comparativo das micrografias dos nanocompósitos A5Z e Z5A, nas duas condições de sinterização. Todas as imagens possuem a mesma ampliação, sendo que a Al_2O_3 apresenta cor escura, enquanto a ZrO_2 apresenta cor branca. Nas imagens fica evidente a redução do tamanho de grão, sendo que a redução do tamanho de grão a matriz foi muito mais expressiva para o nanocompósito Z5A do que o A5Z. Também se observa que, para o nanocompósito A5Z, a ZrO_2 ficou bem dispersa na matriz, porém ainda apresenta alguns aglomerados.Desta forma a redução no crescimento de grão deve-se ao travamento/congelamento estrutural do material durante o primeiro patamar de queima na sinterização em duas etapas. Assim, no segundo patamar a densificação foi favorecida em relação ao crescimento do grão. Além disso, esses resultados foram alcançados em uma temperatura menor em relação à sinterização em uma etapa.

ISSN 1676-0093

Figura 1 – **Micrografia dos nanocompósitos A5Z, sinterizados (a) em 2 etapas e (b) em uma etapa.**

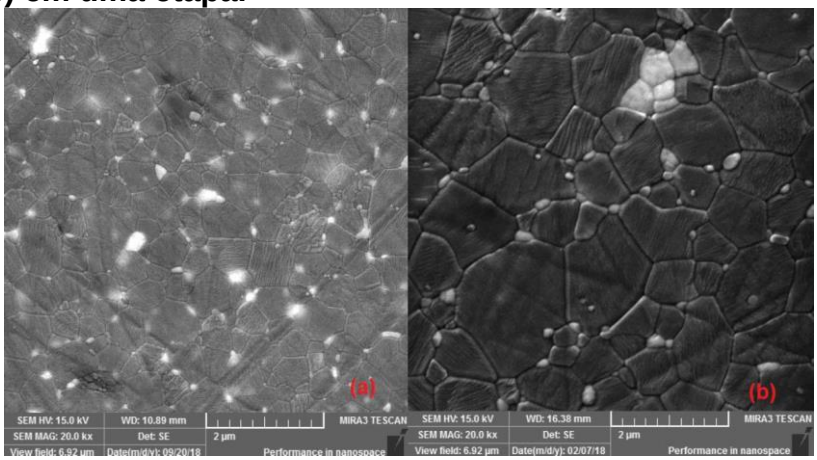
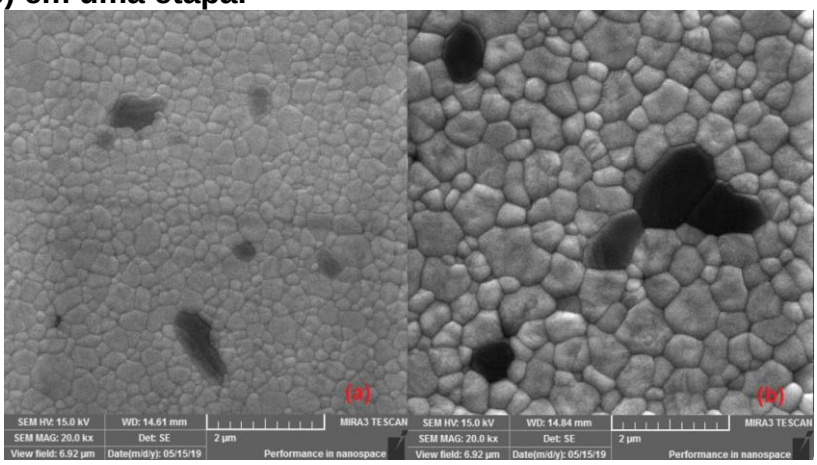


Figura 2 – **Micrografia dos nanocompósitos Z5A, sinterizados (a) em 2 etapas e (b) em uma etapa.**



Conclusão

Concluiu-se que a sinterização em duas etapas, apesar de resultar em uma menor densificação dos nanocompósitos, resultou em uma redução do tamanho dos grãos considerável, sendo assim efetiva para o controle do crescimento de grão.

Agradecimentos

Agradeço a CNPq pela bolsa de iniciação cientifica.

Referências

[1] KANG, S-J. L. **Sintering: densification, grain growth & microstructure**. London: Elsevier, 2005. 265p.

[2] CHEN, I. W.; WANG, X. H. Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth. **Nature.**v. 404, p. 168-171, 2000.

[3] HESABI, Z. R. et al. Suppression of grain growth in sub-micrometer alumina via two-step sintering method. **Journal of the European Ceramic Society.**v. 29, p.1371-1377, 2009

[4] POLOTAI, A. et al. A novel approach to sintering nanocrystalline barium titanate ceramic. **Journal of the American Ceramic Society**. v. 88, n. 11, p. 3008-3012, 2005.

[5] WANG, C-J; HUANG, C-Y; WU, Y-C. Two-step sintering of fine alumina-zirconia ceramics. **Ceramics International**. v. 35, n.4, p.1467-1472, 2009