PROCESSAMENTO DE NANOCOMPÓSITOS ZrO_2/Al_2O_3-NbC USANDO SINTERIZAÇÃO CONVENCIONAL

Fábulo Ribeiro Monteiro (BIC/Fundação Araucária/UEPG), Raphael Euclides Prestes Salem, Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientadora), e-mail: adriana@uepg.br.
Universidade Estadual de Ponta Grossa/Departamento de Engenharia de Materiais

Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não Metálicos, Cerâmicos.

Palavras-chave: zircônia, carbeto de nióbio, nanocompósitos.

Resumo
A zircônia é um dos materiais cerâmicos de alto desempenho mais importantes em aplicações tecnológicas. Com o objetivo de melhorar suas propriedades mecânicas, compósitos cerâmicos de matriz de zircônia têm sido estudados. Dentre os materiais utilizados como reforço destes compósitos estão a alumina e os carbetos. Assim, o objetivo desse projeto foi a produção de nanocompósitos ZrO_2/Al_2O_3-NbC. Como matéria-prima para a produção dos nanocompósitos utilizou-se pó de ZrO2 estabilizada com 3% em mol de ítria e pós de Al2O3-NbC sintetizados por moagem reativa. A incorporação de Al2O3-Nbc na matriz de zircônia foi feita utilizando duas suspensões em meio alcoólico através do método de mistura de suspensões. A conformação feita por prensagem uniaxial seguida de prensagem isostática. A sinterização ocorreu em forno elétrico convencional a 1400°C e 1500°C por 2h, com taxa de aquecimento de 10°C/min. Os compósitos sinterizados foram caracterizados por difração de raios X, MEV, medidas de densidade, dureza e tenacidade à fratura. As inclusões de Al_2O_3/NbC na matriz de ZrO_2 mostrou-se eficaz para a melhoria da tenacidade à fratura em ambas as temperaturas de sinterização.

Introdução
A zircônia é um dos materiais cerâmicos de alto desempenho mais importantes em aplicações tecnológicas, devido a sua alta tenacidade à fratura e resistência à flexão (1,2). Com o objetivo de melhorar as propriedades mecânicas da zircônia, consequentemente ampliando sua gama de utilizações, compósitos cerâmicos de matriz de zircônia têm sido estudados (3,4). Dentre os materiais utilizados como componentes destes compósitos, a alumina tem sido reportada como uma boa opção, no sentido de proporcionar reforço mecânico e melhoria da resistência à degradação hidrotérmica inerente à zircônia tetragonal (). Mais recentemente, a adição de materiais carbonáceos, entre eles os carbetos metálicos, tem sido bastante estudada (3).
Os carbetos de metais de transição são um dos materiais cerâmicos mais promissores na obtenção de compósitos cerâmicos, pois as ligações químicas estabelecidas atribuem propriedades específicas a esses materiais. O carbeto de nióbio (NbC) é um carbeto de metal de transição e suas propriedades podem ser comparadas com as de outros carbetos refratários usados na obtenção de metal duro. Possui alto ponto de fusão, alta dureza e tenacidade à fratura e baixa reatividade química (4).
Existem vários métodos de síntese para produzir partículas nanométricas utilizados na obtenção de materiais nanoestruturados. A moagem reativa de alta energia é um processo alternativo na obtenção de pós nanocompósitos precursores, cujas partículas são sintetizadas por reações ativadas mecanicamente. Este processo é

caracterizado pela alta taxa de transferência de energia proveniente de alta velocidade e frequência de impacto com forças compressivas durante a moagem (4). O objetivo desse trabalho foi estudar o processamento de nanocompósitos ZrO_2/Al_2O_3-NbC usando sinterização convencional.

Materiais e Métodos

Para o preparo dos nanocompósitos foram utilizados pós comerciais de zircônia estabilizada com ítria (3Y-TZP, Tosoh, Japão) e pós de Al_2O_3-NbC sintetizados por moagem reativa de alta energia em moinho do tipo SPEX. A mistura dos pós foi feita pelo método das misturas de suspensões. Para isso foram feitas duas suspensões sendo uma do pó de ZrO_2 e outra do pó de Al_2O_3-NbC, utilizando o ácido para-aminobenzoico (PABA, Vetec, Brasil) como defloculante em uma fração de 0,2% da massa total de sólidos. A incorporação do pó de Al_2O_3-NbC na matriz de zircônia foi realizada misturando-se as duas suspensões, utilizando meio alcoólico, num moinho de bolas convencional, com bolas de zircônia e de 5 mm de diâmetro (Tosoh, Japão) em um frasco de HDPE puro (marca Nalgene), por 22 horas.
Após o processo de mistura, a suspensão foi secada com fluxo de ar comprimido e o pó obtido foi desaglomerado em almofariz de ágata e peneirado em peneira malha 80. A conformação foi feita por prensagem uniaxial, seguida da prensagem isostática (200 MPa) na forma de pastilhas cilíndricas com diâmetro de 8 mm.
A sinterização foi feita utilizando duas temperaturas: 1400°C e 1500°C por 2 horas, com taxa de aquecimento de 10°C/min, em um forno elétrico (marca EDG, modelo EDG1800). Devido à forte tendência de oxidação do carbeto de nióbio em atmosfera oxidante, os corpos de prova foram imersos em pó de grafite e cobertos com pó de alumina calcinada. A finalidade do pó de grafite é ser oxidado preferencialmente pelo oxigênio do ar durante a sinterização, evitando desta forma a decomposição do carbeto de nióbio e consequente formação do óxido de nióbio, o que inviabilizaria o processamento do compósito estudado.
Os compósitos já sinterizados foram caracterizados por medidas de densidade aparente feita pelo Princípio de Arquimedes; difração de raios X para verificar as fases resultantes; análise microestrutural feita num microscópio eletrônico de varredura (FEG-MEV, marca TESCAN, modelo MIRA3); medidas de dureza feita num microindentador Vickers (Leica, modelo VMHT-MOT), com carga de 9,81 N e tempo de indentação de 12s e tenacidade à fratura feita pelo método da indentação em um durômetro Vickers (VEB Werkstoffprüfmaschinen Leipzig), com carga de 196,13 N com tempo de 60s para gerar trincas. As trincas geradas pela indentação foram então medidas com auxílio de um software de imagens (ImageJ) em um microscópio ótico (QColor3, Olympus BX51).

Resultados e Discussão

A figura 1 apresenta o difratograma do nanocompósito sinterizado a 1500ºC. Pode-se observar pelo difratograma, a presença das fases zircônia tetragonal, alumina,

pequenos picos de zircônia monoclínica, além da fase carbeto de nióbio, o que indica que o uso do grafite foi eficiente para evitar a sua oxidação.

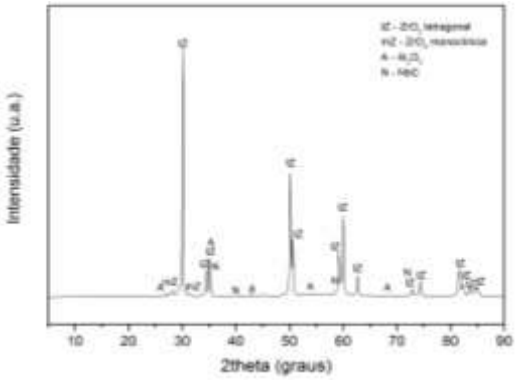


Figura 1 - DRX do nanocompósito sinterizado a 1500°C.

Na figura 2, que apresenta a superfície de fratura dos nanocompósitos sinterizados a 1400°C e 1500°C, observa-se uma microestrutura refinada e com uma distribuição de tamanho de grãos homogênea. A diferença nas tonalidades dos grãos é devido às diferentes fases presentes, com isso também foi possível observar uma boa dispersão das fases no compósito. Observa-se também pelas micrografias que com o aumento da temperatura de sinterização, ocorre um aumento no tamanho de grão.

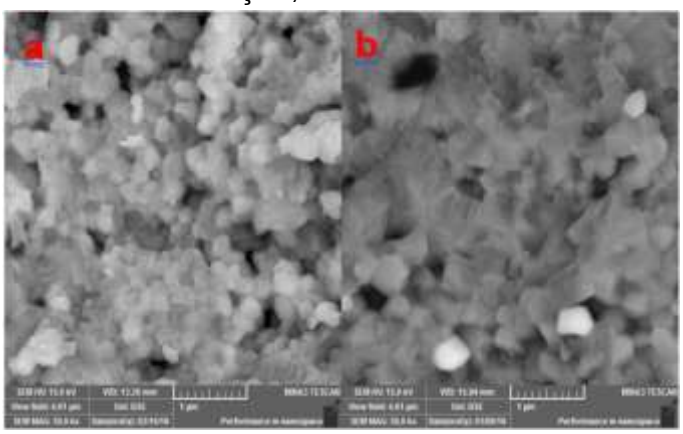


Figura 2 – Micrografias das superfícies de fratura dos nanocompósitos sinterizados (a) 1400°C/2h e (b) 1500°C/2h.

A Tabela 1 apresenta os resultados de densidade relativa, microdureza Vickers e tenacidade à fratura dos nanocompósitos sinterizados nas temperaturas de 1400ºC e 1500ºC. A tabela 1 também apresenta as medidas de dureza e tenacidade à fratura feitas em uma amostra de zircônia pura para comparação. Observa-se que a maior densidade dos nanocompósitos foi atingida na temperatura de 1500°C. Quanto aos valores de dureza, observa-se pela tabela 1 que não houve um aumento significativo nos valores atingidos pelos dos nanocompósitos em relação a zircônia pura. Quando se compara a temperatura de sinterização do nanocompósito, observa-se que com o aumento da temperatura de sinterização, a dureza diminuiu. Esse fato pode estar associado ao maior tamanho de grão dos nanocompósitos sinterizados a 1500ºC.

Tabela 1 - Densidade aparente dos nanocompósitos sinterizados

Temperatura de sinterização (°C)	Densidade relativa (%DT)	Microdureza Vickers (GPa)	K_{IC} (MPa.m$^{1/2}$)
1400/2h	94,4±2,13	11,7±0,69	8,10±1,08
1500/2h	97,3±0,20	10,4±0,56	6,36±0,26
1400/2h	98,30±0,51	11,3±0,39	5,47±0,32

Analisando-se os resultados da tenacidade à fratura, é possível observar que a adição de Al_2O_3/NbC na matriz de zircônia permitiu um aumento significativo da tenacidade à fratura em relação a zircônia pura, mostrando a eficiência desse reforço no controle da fratura do material. Quanto à temperatura de sinterização, os nanocompósitos sinterizados a 1400ºC apresentaram maior tenacidade à fratura.

Conclusões

O processamento utilizado foi eficiente para obter nanocompósitos com uma boa dispersão do reforço Al_2O_3/NbC na matriz de zircônia. O método de sinterização utilizando grafite proporcionou compósitos densos e sem a presença de oxidação do NbC. A microestrutura observada apresentou uma boa homogeneidade na dispersão das fases presentes. A inclusão de Al_2O_3/NbC na matriz de zircônia mostrou-se eficaz para a melhoria da tenacidade à fratura da zircônia.

Agradecimentos

Agradeço a Fundação Araucária pelo auxílio financeiro, a UEPG pelo apoio no desenvolvimento desse projeto e aos técnicos dos laboratórios pelo auxilio nas análises.

Referências

(1) YOSHIMURA, M.; NOMA, T.; KAWABATA, K.; SOMIYA, S. Role of H2O on the degradation process of Y-TZP. **Journal of Materials Science**, v. 6, pp. 465-467, 1987.
(2) CATTANI-LORENTE, M.; SCHERRER, S. S.; AMMANN, P.; JOBIN, M.; WISKOTT, H. W. A. Low temperature degradation of a Y-TZP dental ceramic. **Acta Biomaterialia**, v. 7, pp. 858-865, 2011.
(3) TEKELI, S. The solid solubility of Al2O3 and its effect on densification and microstructural evolution in cubic-zirconia used as an electrolyte for solid oxide fuel cell. **Materials and Design**, v. 28, pp. 713-716, 2007.
(4) PALLONE, E. M. J. A.; TROMBINI, V.; BOTTA FILHO, F. W. J.; TOMASI, R. Ceramic processing of nanometric powders obtained by reactive milling. **Materials**