PROCESSAMENTO DE NANOCOMPÓSITOS ALUMINA-ZIRCÔNIA E ZIRCÔNIA-ALUMINA

Davi Favero (UEPG), Adriana Scoton Antonio Chinelatto (Orientador), e-mail: adrianachinelatto@gmail.com.

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

Engenharia – Engenharia de Materiais e Metalurgia.

Palavras-chave: Sinterização, nanocompósitos, alumina, zircônia.

Resumo

As propriedades dos materiais cerâmicos são altamente influenciadas pela microestrutura dos mesmos, sendo que, microestruturas mais refinadas com tamanhos de grão menores e mais homogêneos geram propriedades mecânicas melhores. Um dos métodos que podem influenciar na microestrutura é o efeito *pinning*, onde inclusões nanométricas em uma matriz cerâmica reduzem o crescimento dos grãos da mesma. Neste trabalho foram estudados os efeitos da adição de 5% em volume de inclusões nanométricas de alumina em uma matriz de zircônia (Z5A) e 5% em volume de inclusões nanométricas de zircônia em uma matriz de alumina (A5Z). Foram realizados diversos métodos de preparação dos nanocompósitos de forma a obter uma dispersão ideal dos grãos. As amostras foram sinterizadas a 1550ºC por 2 horas. Após isso as amostras foram caracterizadas por densidade e por microscopia eletrônica de varredura. Os resultados mostraram que a produção do nanocompósito de A5Z apresentou uma dispersão homogênea da zircônia, formando poucos aglomerados e pequenos grãos, enquanto que na produção do nanocompósito de Z5A, houve a formação de aglomerados de alumina.

Introdução

Os materiais cerâmicos apresentam grande potencial para aplicações estruturais, pois possuem excelentes propriedades mecânicas como: alta dureza, alta resistência mecânica à compressão e inércia química. Porém, a sua baixa tenacidade à fratura e baixa resistência à flexão limitam a sua gama de aplicações. A utilização de uma segunda fase numa matriz cerâmica e o controle do processamento cerâmico, através do controle do tamanho de grão e densificação, podem auxiliar na obtenção de produtos cerâmicos de maior resistência mecânica e tenacidade [1,2]. Quando esses materiais possuem partículas de dimensões da ordem de nanômetros, são denominados nanocompósitos [2,3].

A adição de inclusões nanométricas numa matriz cerâmica atua reduzindo o crescimento de grão da matriz (efeito *pinning*), porém, a presença das inclusões dificulta a densificação durante a sinterização [4]. Alguns problemas observados quando se utiliza pós nanométricos são: a tendência das partículas nanométricas formarem aglomerados devido a sua elevada energia de superfície e a dificuldade de dispersão dessas partículas numa matriz, particularmente por métodos de mistura mecânica.

Com o intuito de melhorar a resistência à flexão e a tenacidade à fratura da alumina, nas últimas décadas se desenvolveram muitas pesquisas relacionados à compósitos de alumina-zircônia (ZTA – zircônia toughened alumina) [4] e mais

recentemente alguns autores têm publicado estudos sobre compósitos de zircônia-alumina (ATZ – alumina-toughened zircônia), onde a matriz é de zircônia com pequenas inclusões de alumina [5].

Neste trabalho foi estudado o processamento de nanocompósitos de matriz de alumina com 5% em volume de zircônia nanométrica (A5Z) e de nanocompósitos de matriz de zircônia com 5% em volume de alumina nanométrica (Z5A).

Materiais e Métodos

O nanocompósito de alumina com 5% em volume de zircônia nanométrica foi produzido a partir de suspensões de álcool isopropílico. A suspensão de zircônia foi preparada separadamente da suspensão de alumina. Em ambas foram adicionadas bolas de zircônia para a realização da moagem e adicionado 1,5% do peso de cada pó de PABA (ácido 4-aminobenzóico) como dispersante. Então as suspensões foram levadas ao moinho de bolas por 14 horas. Após isso a suspensão de zircônia foi adicionada à suspensão de alumina por gotejamento. A suspensão resultante retornou ao moinho de bolas por mais 10 horas. A mistura foi então secada com fluxo de ar quente.

Para o nanocompósito de zircônia com 5% em volume de alumina manométrica foram realizados diversos métodos para obter uma melhor dispersão. As condições utilizadas para cada método são mostradas na Tabela 1.

Tabela 1 – Condições de processamento utilizadas nos diferentes métodos para a obtenção do nanocompósito de zircônia com 5% em volume de alumina nanométrica.

Método	Solvente	Dispersante	Quantidade de dispersante (%)	Tempo de ultrassom (min)	Potência ultrassom (W)	Secagem
1	Álcool isopropílico	PABA	1,5	30	350	Fluxo de ar quente
2	Álcool isopropílico	PABA	1,5	30	350	Fluxo de ar quente
3	Álcool isopropílico	PVB	1	30	350	Fluxo de ar quente
4	Água destilada	PAA	2	30	350	Agitação e temperatura
5	Álcool isopropílico	PABA	4	30	150	Fluxo de ar quente
6	Álcool isopropílico	PABA	4	30/30	350/150	Fluxo de ar quente

Para os métodos em que foi utilizada a potência de 350W no ultrassom, o ultrassom foi realizado com pulsos de 60 segundos alternados por 30 segundos de pausa.

A conformação das amostras foi feita por prensagem uniaxial utilizando um molde cilíndrico com 6 mm de diâmetro e uma pressão de compactação de 70MPa. As amostras foram sinterizadas em um forno elétrico a temperatura de 1550ºC com patamar de 2 horas. Após a sinterização, os corpos de prova foram caracterizados por medidas de densidade aparente e porosidade aparente utilizando o princípio de Arquimedes, e então foi realizada a análise microestrutural das composições por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Antes da realização do MEV as amostras foram devidamente lixadas, polidas e atacadas termicamente numa temperatura de 1450ºC com patamar de 10 minutos. A partir das imagens obtidas no

MEV, as medidas de tamanho de grão foram realizadas utilizando o software de análise de imagem Image J.

Resultados e Discussão

Os resultados obtidos para o nanocompósito de alumina com 5% em volume de zircônia nanométrica (A5Z) estão apresentados na Tabela 2.

Tabela 2 – Densidade aparente, densidade relativa e porosidade aparente dos nanocompósitos A5Z.

	Densidade aparente (g/cm^3)	**Densidade relativa (%DT)**	**Porosidade aparente (%)**
A5Z	4,054±0,012	99,29	1,740±0,365

Observa-se que o nanocompósito A5Z apresentou uma excelente densificação, com porosidade aparente baixa. E pelas micrografias apresentadas na figura 1, verifica-se que também que houve uma ótima dispersão das partículas de zircônia na matriz de alumina.

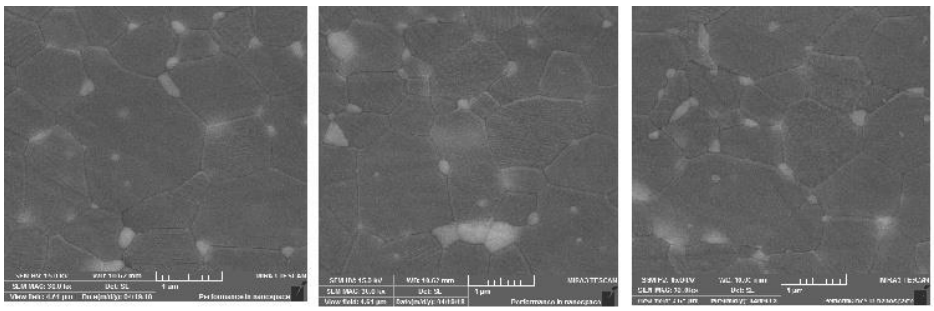


Figura 1 – Micrografias do nanocompósito A5Z.

As medidas dos tamanhos de grão da alumina pura e com a adição da segunda fase na matriz para verificar a influência da segunda fase na redução do tamanho de grão são apresentadas na Tabela 3. Observa-se que as nanopartículas de zircônia reduziram ligeiramente o tamanho de grão da alumina.

Tabela 3 – Comparativo do tamanho médio de grão para a alumina pura e alumina com 5% de zircônia.

	Tamanho médio de grão (μm)
Alumina pura	1,116 ± 0,789
Alumina com 5% de zircônia	1,057 ± 0,501

A tabela 4 apresenta a densidade aparente, densidade relativa e porosidade aparente dos nanocompósitos de zircônia com 5% em volume de alumina nanométrica (Z5A). Os procedimentos utilizados na produção dos nanocompósitos de Z5A não produziram um resultado satisfatório, houve a formação de aglomerados de alumina que ocasionaram em uma dispersão ruim e com um crescimento de grão elevado. Dentre os métodos, o que apresentou melhor resultado foi o método 3, pois teve a menor porosidade aparente e uma densidade relativa superior a maioria dos outros métodos. Também esse foi o método que apresentou a melhor dispersão da alumina na matriz de zircônia, como pode ser visto na Figura 2.

A tabela 5 apresenta os tamanhos de grão da zircônia pura e do nanocompósito Z5A, produzido pelo método 3. Observa-se que a presença da alumina reduziu o tamanho de grão da zircônia

Tabela 4 - Densidade aparente, densidade relativa e porosidade aparente dos nanocompósitos Z5A.

	Método	Densidade aparente (g/cm³)	Densidade relativa (g/cm³)	Porosidade aparente (%)
Z5A	1	5,711 ± 0,053	96,04	3,210 ± 1,42
	2	5,649 ± 0,079	95,00	3.458 ± 0,306
	3	5,734 ± 0,018	96,42	2.049 ± 0,737
	4	5,717 ± 0,010	96,14	2.944 ± 1,715
	5	5,525 ± 0,083	92,91	3.854 ± 0,107
	6	5,779 ± 0,018	97,17	3.348 ± 1,308

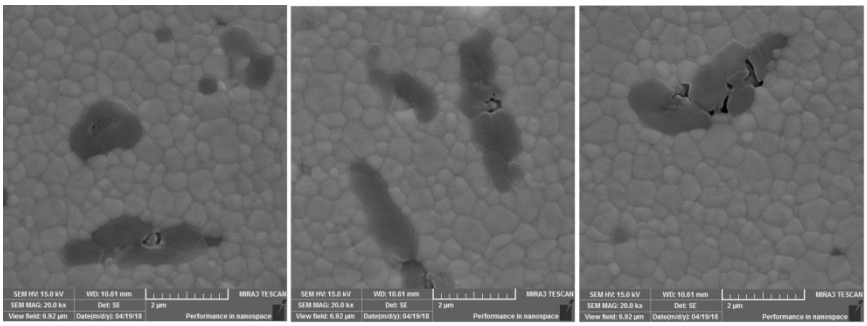


Figura 2 – Micrografias do nanocompósito Z5A, obtido pelo método 3.

Tabela 5 - Comparativo do tamanho médio de grão da zircônia pura e zircônia com 5% de alumina.

	Tamanho médio de grão (μm)
Zircônia pura	0,626 ± 0,249
Zircônia com 5% de alumina	0,595 ± 0,221

Conclusões

O procedimento utilizado para a produção do nanocompósito de A5Z resultou em uma dispersão homogênea da zircônia, formando poucos aglomerados e pequenos grãos. Na produção do nanocompósito de Z5A, houve a formação de aglomerados de alumina, resultando numa dispersão não muito boa e com um crescimento de grão elevado. Conclui-se também que a adição de inclusões nanométricas em uma matriz cerâmica reduz o crescimento de grão da matriz.

Agradecimentos

Agradeço a UEPG pela bolsa de iniciação cientifica.

Referências

1 ICHINOSE, N. Introduction to fine ceramics Applications in engineering. Japan: John Wiley & Sons LTDA, 1987.

2 PIERRI, J. J. MAESTRELLI, S. C. PALLONE, E. M. J. A. TOMASI, R. Dispersão de nanopartículas de ZrO_2 visando produção de nanocompósitos de ZrO_2 em matriz de Al_2O_3 **Cerâmica**. v. 51, p. 08-12, 2005.

3.KERN, F.; PALMERO, P. Microstructure and mechanical properties of alumina 5%vol zirconia nanocomposites prepared by powder coating and powder mixing routes. **Ceram. Int.**, v. 39, pp. 673-682, 2013.

4.NOVIKOV, V. K. Grain growth controlled by mobile particles on grain boundaries. Script Materiale. V.55, p.243-246, 2006.SCHNEIDER, J.; BEGAND, S; KRIEGEL, R.;

5.KAPS, C.; GLIEN, W.; OBERBACH, T. Low-temperature aging behavior of alumina-toughened zirconia. **J.Am Ceram. Soc.**, v. 91, pp. 3613-3618, 2008.