

XIX Congresso Nacional de Estudantes de Engenharia Mecânica - 13 a 17/08/2012 – São Carlos-SP
Artigo CREEM2012

Desenvolvimento de Materiais de Gradiente Funcional a Base de Zircônia e Alumina

Tiago A. Moreira, Vera L. Arantes, Pedro L. di Lorenzo

USP, Universidade de São Paulo, Curso de Engenharia Mecânica

Campus São Carlos – Bairro Parque Arnold Schimidt - CEP 13566-590 – São Carlos – São Paulo

E-mail para correspondência: tiagomoreira433@hotmail.com

Objetivos

O objetivo deste trabalho é caracterizar camadas com diferentes teores de alumina e zircônia com a finalidade de se otimizar a montagem de uma peça com gradiente funcional, a base de zircônia e alumina.

Introdução

Nas últimas décadas, a procura por materiais com melhores propriedades tanto mecânicas, como térmicas e químicas, para diversas aplicações e necessidades nos tem levado a várias soluções, sendo uma delas o desenvolvimento de materiais de gradiente funcional (MGF). Uma vantagem deste tipo de peça é o fato de se conseguir em uma mesma peça uma gradação de propriedades. Como exemplo podemos citar a carcaça de um foguete, a qual tem uma elevada dureza e resistência térmica em seu exterior para suportar as altas temperaturas atingidas na reentrada e um interior mais tenaz, com o fim de se resistir aos elevados mecânicos exigidos. Uma boa alternativa entre a enorme gama possível de materiais é a mistura de ZrO_2 (zircônia) e Al_2O_3 (alumina). Essa última possui uma elevada dureza, resistência térmica e é inerte quimicamente, porém é frágil. A zircônia além de ser mais tenaz que a alumina age como agente tenacificador quando em solução sólida na alumina. A zircônia atua desta maneira pois quando surge uma trinca no material, a sua ponta se torna um elemento “amplificador de tensões”, fazendo com que ocorra a transformação de fases martensítica (tetragonal metaestável \rightarrow monoclínica) (Keith R. Wilfinger et al, 2005), onde ocorre um aumento de volume de 3% a 5%, o que causa uma força de compressão na ponta da trinca, que pode ser interpretada como uma barreira energética, que impede o avanço da trinca. Porém a montagem deste tipo de material não pode ser aleatória, deve-se fazer ensaios de dilatométrica, difração de raios-x para se evitar o aparecimento de trincas devido a diferença no comportamento térmico das camadas com composições distintas. Neste trabalho foram usados pós nanométricos, os quais melhoram a qualidade da sinterização, ou seja, diminui a quantidade e tamanho dos poros, diminuindo assim a possibilidade do surgimento de trincas (Yuri Carvalho Ferreira et al, 2011).

Metodologia

Neste experimento, foram usadas amostras com diferentes composições de zircônia (Riedel-de Haien zirconium(IV) oxide com 99% de pureza) e alumina, com composições variando em massa de 0% ZrO_2 /100% Al_2O_3 a 100% ZrO_2 /0% Al_2O_3 , com teores de zircônia e alumina variando em intervalos de 20%, gerando a Tab. 1, onde estão presentes os códigos com as devidas composições de cada amostra.

Tabela 1 – Composições das amostras e seus respectivos códigos.

Código	% ZrO_2
Z000	0%
Z020	20%
Z040	40%
Z060	60%
Z080	80%
Z100	100%

Adicionou-se 2% em massa de PABA ou disperlan como defloculantes, o que melhora a qualidade da moagem, pois evita de o pó floccular, ou seja, de ele se aglomerar. Usou-se 60ml de álcool isopropílico para diluir 1% em massa de PVB, usado para ligante para conseguir uma melhor densidade a verde da amostra prensada. A moagem foi feita em um moinho de alta energia Pulverisette4 vario-planetary mil da Fritsch, mesma fabricante das bolas e dos potes, ambos de zircônia, da maneira descrita a seguir: Após as quantidades percentuais em massa de Al_2O_3 e ZrO_2 serem pesadas, foram despejadas nos potes, os quais já possuíam uma quantidade de bolas na razão 20 : 1 em relação a massa adicionada ao mesmo, juntamente com o defloculante e o álcool com PVB diluído. No moinho o pó passava por uma série de 12 ciclos de 30 minutos girando tanto o disco principal como os secundários a 250 rpm, e 5 minutos parado, para evitar o superaquecimento, invertendo o sentido de giro do moinho a cada ciclo, o que gera uma melhor moagem. Depois de passar pela moagem os pós eram secados em uma estufa a $100^\circ C$ e peneirados em uma peneira ABNT 100, uma parte deste foi destinada a difração de raios-X (Andrey Zakurdaev et al, 2009), o resto foi usado para se fazer amostras prensadas inicialmente em uma prensa uniaxial, para dar forma, e posteriormente numa prensa isostática (AIP CP360) a uma pressão de 200 MPa. Após a prensagem foram feitos ensaios de dilatométrica (Dilatômetro horizontal Netzsch DIL 402 C) em cada composição em três taxas diferentes de aquecimento ($5^\circ C/min$, $10^\circ C/min$ e $15^\circ C/min$), todas indo até $1500^\circ C$, dos dados dos ensaios foram obtidas as curvas $dL/Lo/\%$ versus Temperatura ($^\circ C$), feitas no software NETZSCH Proteus Thermal Analysis. Após estes passos foram prensadas amostras com 6 e 5 camadas (Todas menos a Z060), do mesmo modo descrito acima, porém as dimensões estão indicadas na Tab. 2. Estas amostras foram levadas ao forno com um ciclo térmico da seguinte maneira: Da temperatura ambiente até $150^\circ C \rightarrow 2^\circ C/min$; $150^\circ C$ até $600^\circ C \rightarrow 4^\circ C/min$; $600^\circ C$ até $1500^\circ C \rightarrow 10^\circ C/min$; Resfriamento a $10^\circ C/min$ (Li Sun et al, 2007).

Resultados

Na prensagem com as camadas juntas foi observado que as amostras que possuíam a camada Z060 apresentavam trincas ou quebravam na secção onde era suposto se estar a camada acima citada. Esta trinca surgia na prensagem uniaxial e se agravava na prensagem isostática, este foi o motivo de se usar também 5 camadas.

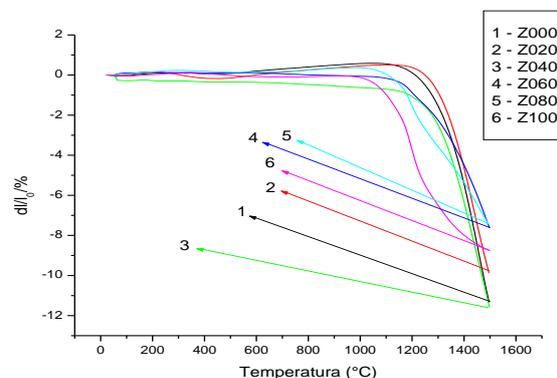
Tabela 2 – Dimensões das amostras com varias camadas.

Nº de camadas	Diâmetro inicial	Diâmetro final	Comprimento inicial	Comprimento final
5	18 mm	16,72 mm	2,26 mm	2,12 mm
5	6,08 mm	Quebrou	7,32 mm	Quebrou
6	6,08 mm	Quebrou	6,74 mm	Quebrou

Os dados obtidos nos ensaios de dilatométrica podem ser observados na Fig. 1, na Fig. 2 e na Fig. 3.

Amostra	Retração (%)
Z000	-11,5
Z020	-10,05
Z040	-11,66
Z060	-7,68
Z080	-7,53
Z100	-8,77

(a)

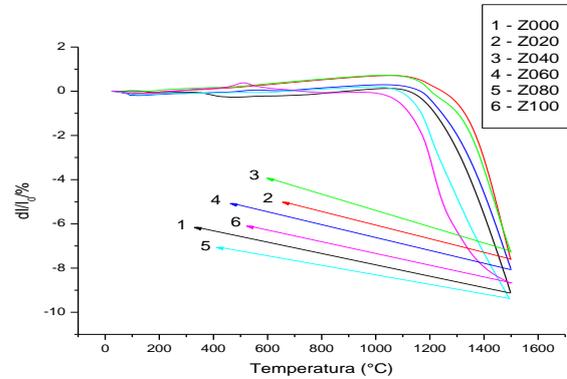


(b)

Figura 1 - (a)Tabela com valores de retração final das amostras a 5°C/min. (b) Resultados dos ensaios de dilatométrica de todas as diferentes composições de amostras a uma taxa de aquecimento de 5°C/min.

As amostras submetidas a uma taxa de 5°C/min tiveram retração total com diferenças significativas quando comparadas a 10°C/min. As taxas de retração também não foram tão homogêneas (ou seja, quando se compara ponto a ponto no gráfico, a diferença das retrações nunca atinge um valor muito elevado) como a taxa de aquecimento de 10°C/min, como observado a 15°C/min também.

Amostra	Retração (%)
Z000	-9,17
Z020	-7,66
Z040	-7,31
Z060	-8,06
Z080	-9,51
Z100	-8,69



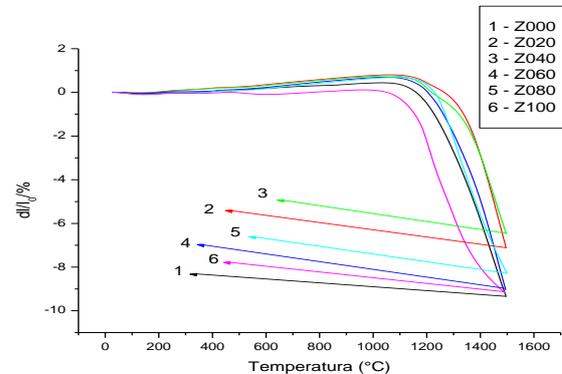
(a)

(b)

Figura 2 - (a)Tabela com valores de retração final das amostras a 10°C/min. (b) Resultados dos ensaios de dilatométrica de todas as diferentes composições de amostras a uma taxa de aquecimento de 10°C/min

As amostras que foram submetidas a uma taxa de aquecimento de 10°C/min tiveram um comportamento mais similar entre elas, tanto na retração total como nas taxas de retração, quando comparadas as taxas de 5°C/min e 15°C/min.

Amostra	Retração (%)
Z000	-9,47
Z020	-7,3
Z040	-6,58
Z060	-9,25
Z080	-8,29
Z100	-9,27



(a)

(b)

Figura 3 - (a)Tabela com valores de retração final das amostras a 15°C/min. (b) Resultados dos ensaios de dilatométrica de todas as diferentes composições de amostras a uma taxa de aquecimento de 15°C/min.

Na taxa de aquecimento de 15°C/min temos valores de retração total menores e uma variação nas taxas de retração parecidas quando comparadas as amostras que sofreram uma taxa de aquecimento de 5°C/min, porém não tão homogêneas como a 10°C/min. Na fabricação de MGF's o importante é adequar uma curva de sinterização com base nos resultados da dilatométrica, de forma que as taxas e valores totais de retração sejam próximos. Na Fig. 4 podemos ver o gráfico de difração de raios-X, apresenta-se somente um gráfico porque todos foram semelhantes e apresentaram os resultados esperados, ou seja somente alumina e zircônia.

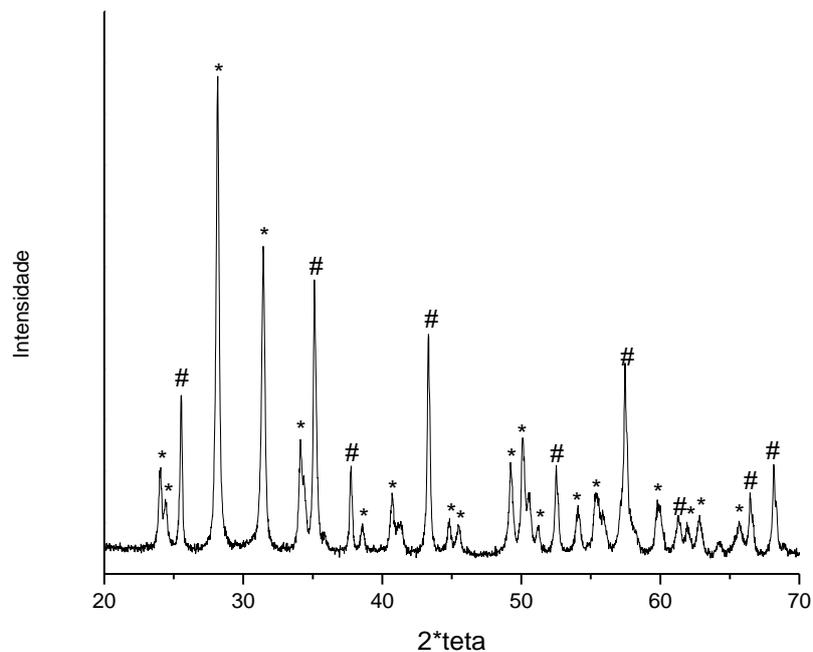


Figura 4 – Resultado do exame de difração de raios-X da amostra Z040 (# → alumina; * → zircônia)

Conclusão

Através dos resultados acima apresentados pode-se afirmar que a melhor taxa de aquecimento é a 10°C/min (Li Sun et al, 2007). quando comparada com as taxas de 5°C/min e 15°C/min, pois é a que apresentou uma menor diferença de retração total entre as seis diferentes composições, permitindo assim uma maior segurança na montagem, porque é nesta taxa de aquecimento que há o menor risco de aparecimento de trincas. Pode-se afirmar também que não houve a formação de compostos indesejados, ou seja, houve a formação somente de alumina e zircônia. Nas amostras que possuíam varias camadas (levadas ao forno) pode-se notar que o diâmetro também influencia no resultado final, pois as amostras que possuíam um diâmetro menor quebraram em comparação com a amostra que possuía uma largura maior, isto se deve ao fato de que uma peça com diâmetro maior apresenta características geométricas melhores, ou seja, é mais resistente.

Agradecimentos

Professor João Manuel Domingos de Almeida Rollo que disponibilizou o dilatômetro e o forno. Banco Santander, fornecedor da bolsa de iniciação científica. Instituto de Física de São Carlos, que realizou o exame de difração de raios-X.

Referências bibliográficas

- Keith R. Wilfinger, W. Roger Cannon: Particle interactions in Zirconia-Toughened Alumina, 2005.
- Li Sun, Adam Sneller, Patrick Kwon: Fabrication of alumina/zirconia functionally graded material: From optimization of processing parameters phenomenological constitutive models, 2007.
- Andrey Zakurdaev, Xiao Huang: Experimental study phase transformation and specific heat of ternary zirconia-based oxides using differential scanning calorimetry, 2009.
- Yuri Carvalho Ferreira, Maria do Carmo de Andrade Nono, José Vitor Candido de Souza: Caracterização da microestrutura de das propriedades mecânicas de cerâmicas de zircônia parcialmente nanoestruturadas em função da quantidade de Nb₂O₅ para aplicações espaciais, 2011.