

ESTUDO DAS PROPRIEDADES DE CERÂMICAS DE ZIRCÔNIA ESTABILIZADA COM TERRAS RARAS PREPARADA PELA TÉCNICA DOS PRECURSORES POLIMÉRICOS

Renata Ayres Rocha, Eliana N. S. Muccillo
Divisão de Materiais Cerâmicos - MMC

OBJETIVO

O objetivo deste trabalho é sintetizar cerâmicas à base de zircônia, estabilizada com metais de terras raras, pela técnica dos precursores poliméricos e caracterizar esses materiais.

METODOLOGIA

Para a síntese das cerâmicas à base de zircônia foi seguida a rota sugerida por Pechini [1]. São produzidas duas soluções de nitratos dos cátions envolvidos, que depois são misturadas e adiciona-se ácido cítrico e etileno glicol, todos nas proporções adequadas. A solução é aquecida e mantida sob agitação constante, ocorrendo a formação de uma resina após a remoção do excesso de água e nitrato (este na forma de NO_2) pelo efeito da temperatura. A resina é transformada em óxido por meio de calcinação. O pó cerâmico é caracterizado e então conformado e sinterizado (tratamento térmico que promove a densificação).

A decomposição térmica da resina foi analisada por termogravimetria e análise térmica diferencial (aparelho marca NETZSCH modelo STA 409) em atmosfera de ar sintético e com taxa de aquecimento de $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ até $1000\text{ }^\circ\text{C}$. O pó calcinado foi caracterizado por difratometria de raios X (difratômetro PHILIPS modelo X'PERT MPD), utilizando a radiação $K\alpha$ do cobre. A distribuição de tamanho de partículas foi determinada por sedimentação utilizando

um sedígrafo MICROMERITCS modelo 5100. A densidade aparente das amostras foi calculada pelos métodos geométrico e hidrostático.

RESULTADOS

Foram produzidos pós de $\text{ZrO}_2:\text{Y}_2\text{O}_3$ utilizando a técnica dos citratos. A porcentagem de ítria utilizada foi de 10%.

A figura 1 mostra o difratograma de raios X do pó sinterizado a $1400\text{ }^\circ\text{C}$, misturado com silício [2]. Os valores de 2θ dos principais picos de difração são introduzidos no Programme D'Affinement de Parametres de Maille, Laboratoire des Matriaux et du Génie Physique, version 88.1 para o cálculo do parâmetro de rede.

Fase: cúbica $a = 5,137\text{ \AA}$

A densidade teórica do material foi calculada a partir da equação

$$d = m / V \quad (1)$$

onde m = massa da célula unitária (g) e V = volume da célula unitária (cm^3), calculado por: a^3 . Para essa composição o resultado obtido foi de $6,021\text{ g}/\text{cm}^3$.

Através da análise termogravimétrica da resina desta mesma composição, verificou-se que ocorre uma perda de massa substancial até $1000\text{ }^\circ\text{C}$, e através da análise térmica diferencial, verificou-se que acima de $700\text{ }^\circ\text{C}$, a resina está completamente decomposta.

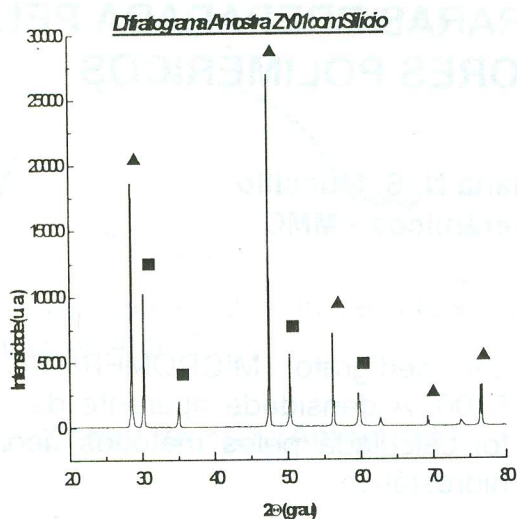


Figura 1. Difratoograma de raios X da amostra ZY01 ($ZrO_2:10\% Y_2O_3$) misturada com silício(1:1). Os símbolos ■ e ▲ referem-se aos picos de difração da zircônia e do silício, respectivamente.

Através do valor obtido para a área de superfície específica da $ZrO_2:10\% Y_2O_3$ ($13,62 \text{ m}^2/\text{g}$), foi calculado o tamanho médio de partículas através da equação:

$$D = 6 / (S \times \rho) \quad (2)$$

onde D = diâmetro médio de partícula (μm), S = área de superfície específica (m^2/g) e ρ = densidade cristalográfica (g/cm^3).

O resultado se encontra na tabela 1, assim como o resultado obtido graficamente pela análise sedigráfica.

TABELA 1. Valores de Tamanho Médio de Partículas Determinados por Análise Sedigráfica e por BET (amostra ZY01).

Técnica	D (μm)
sedígrafo	0,820
BET	0,073

TABELA 2. Valores de densidade à verde e sinterizada dos materiais produzidos.

Amostra	dv (g/cm^3)	dg (g/cm^3)	dh (g/cm^3)	% dt
ZY01	1,73	5,22	5,59	93,2
ZY02	1,48	3,43	5,70	95,0
ZY03	---	---	5,79	96,5

CONCLUSÕES

- A técnica dos citratos, embora seja simples, requer um controle preciso dos parâmetros envolvidos, para permitir obter resultados reprodutíveis.

- A diferença de tamanho médio de partículas encontrado por BET e por sedígrafo se deve ao fato de que as partículas de tamanho menor ou igual a $1 \mu\text{m}$ estão sempre aglomeradas.

- Apesar de trabalhar com um precursor impuro ($Y_2(\text{CO}_3)_3$), os valores de densidade são valores altos (acima 90% dt).

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1]Pechini, M. P.- U. S. Patent nº 33306797, 1967.

[2]Toraya, H., Journal of the American Ceramic Society, **72**, 4, 662-664, 1989.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

CNPq / PIBIC