

DETERMINAÇÃO DAS PROPRIEDADES DA ZIRCÔNIA TETRAGONAL POLICRISTALINA ESTABILIZADA COM ÍTRIA PRODUZIDA NOS LABORATÓRIOS DO IPEN

Alexandre Henrique Rumbao, José Carlos Bressiani
Divisão de Materiais Cerâmicos - MMC

OBJETIVO

Estudo de dureza e tenacidade à fratura de corpos de prova, produzidos com pós de $ZrO_2:Y_2O_3$ 3 mol%, fabricados no IPEN.

METODOLOGIA

Utilizando-se pós de hidróxido de zircônio obtidos por coprecipitação em meio amoniacal de $ZrOCl_2$ e YCl_3 (a partir de concentrado de terras raras com 78% de ítrio), seguiu-se o processamento do pó da seguinte forma:

1. Calcinação do pó de hidróxido de zircônio com adição de 3 mol % de ítria a $850^\circ C$ / 1h para obtenção do óxido;
2. Moagem do pó por 4h em moinho tipo "Attritor" utilizando esferas de zircônia e álcool etílico absoluto; e por 21h em moinho de bolas (bolas de alumina);
3. Secagem ao ar e em estufa a $37^\circ C$;
4. Desaglomeração em almofariz de ágata seguido de peneiração em malha 200;
5. Determinação do tamanho de aglomerado, utilizando equipamento "Cilas" a laser;
6. Prensagem uniaxial a frio de pastilhas com \varnothing 12 mm com pressão de 100 KPa, e prensagem isostática a frio com pressão de 200 MPa;
7. Sinterização das pastilhas a $1400^\circ C$, $1450^\circ C$ e $1500^\circ C$ seguindo a taxa de aquecimento de $8^\circ C$ / min. até $1200^\circ C$ e $5^\circ C$ / min. até patamar, onde permaneceram por 1h; taxa de resfriamento de $30^\circ C$ / min.;

8. Determinação das densidades geométrica e hidrostática;
9. Preparação das amostras para análise microestrutural (DR-X e MEV);
10. Prensagem isostática a quente (HIP) a $1500^\circ C$ / 15 min., 150 MPa, em argônio;
11. Medição das densidades geométrica e hidrostática;
12. Preparação e análise microestrutural (DR-X e MEV);
13. Medição da tenacidade e dureza pelo método de impressão Vickers.

RESULTADOS

Os resultados apresentados neste trabalho correspondem ao processamento dos pós de $ZrO_2:Y_2O_3$ 3 mol% fabricados no IPEN.

A análise granulométrica dos pós obtidos por moagem em moinho tipo Attritor (4h) e em moinho de bolas (21h) apresentou os seguintes valores para o diâmetro médio de aglomerado: $3,5 \mu m$ para moagem em moinho de bolas e $0,86 \mu m$ para moagem em Attritor.

As densidades das pastilhas (tabela 1) após a sinterização nas temperaturas $1400^\circ C$, $1450^\circ C$ e $1500^\circ C$ por 1h, apresentaram-se insatisfatórias para seqüência do projeto (medidas da resistência à flexão e tenacidade à fratura). Foi utilizada prensagem isostática a quente (HIP) para melhor densificação do material. A tabela 1 apresenta o valor médio das densidades encontradas em cada temperatura de sinterização por método aplicado: 1) pó processado por moagem em moinho de bolas e sinterização;

II)pó processado por moagem no Attritor, sinterização, HIP.

TABELA 1. Densidades.

Amostr s	Método I		Método II		+HIP %Dt
	a verde %Dt	sinterizado %Dt	a verde %Dt	sinterizado %Dt	
Z3Y- 1400/1h		87.9		94.0	100
Z3Y- 1450/1h	46.2	76.8	48.3	88.9	99.6
Z3Y- 1500/1h		78.2		84.3	99.2

Para o cálculo das densidades a verde e densidade hidrostática, adotou-se a densidade teórica (Dt) de $6,1 \text{ g/cm}^3$, equivalente a zircônia na fase tetragonal.

Todas as amostras apresentaram retenção total da fase tetragonal.

O tamanho médio dos grãos, medido em analisador de imagens Quantikov, variou de $0,18$ a $0,40 \mu\text{m}$. Estes valores estão abaixo do tamanho crítico de grão ($\sim 0,5 \mu\text{m}$) [5]. Devido ao tamanho dos grão serem pequenos, somente os grãos próximos às trincas transformam-se martensiticamente da fase tetragonal para fase monoclinica, quando solicitados mecanicamente, influenciando diretamente na diminuição da tenacidade do material. Os valores obtidos do ensaio de impressão Vickers, de dureza e tenacidade, são apresentados na tabela 2.

TABELA 2. Medidas de dureza e tenacidade.

AMOSTRAS	Hv (Gpa)		K_{1c} (MPam ^{1/2})	
	1	2	1	2
Z3Y-1400/1h	13,2±0,8	13,6±1.3	4,9±0,8	6,9±0,3
Z3Y-1450/1h	13,2±0,8	13,9±2.7	4,3±0,3	7,5±1,3
Z3Y-1500/1h	12,9±0,7	13,31,1	5,6±0,4	7,0±0,4

1 – Resultados deste trabalho.

2 – Resultados de Homero Basani [4].

CONCLUSÕES

A não densificação do material, apenas com sinterização simples, está relacionada com as impurezas encontradas no pó de partida. Este inconveniente foi minimizado com a utilização do processo de prensagem isostática a quente (HIP).

A qualidade do pó de partida também influenciou no crescimento dos grãos, que apresentaram-se pequenos, não atingindo valores próximos do tamanho crítico de grão ($\sim 0,5 \mu\text{m}$), influenciando na diminuição da tenacidade a fratura.

Os valores obtidos para dureza Vickers estão próximos dos valores encontrados por Basani [4] utilizando o material da Toyo Soda. Há uma tendência da dureza Vickers diminuir com o aumento da temperatura de sinterização. O mesmo foi observado por Basani [4].

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1]. SCENEIDER JR., S.J. *Survey of classification practices and needs: technical working area 14 on the classification of advanced ceramics*, *Ceramics International*, 19, 1993, pp.27-42.
- [2]. STEVENS, R. - *Zirconia and Zirconia - Magnesium Eletron Ltd - Published by Magnesium Eletron Ltd N°113 - 1986*.
- [3]. BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. - *Cerâmicas à base de zircônia - Publicação IPEN 253 - 1989*.
- [4]. BASANI, H. - *Influência da Microestrutura na Tenacidade à Fratura e Resistência à Flexão da Zircônia Tetragonal Policristalina com Adições de tria - Dissertação de Mestrado, IPEN/1992*.
- [5]. BIRKBY, T.; HODGSON, H. *Progress with zirconia ceramics*, *Eur. Symp. Eng. Ceram. (proc)*. 1989 (pub.1991), pp.167-198.

APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

PADCT/FINEP e CNPq