

ESTUDO DA INFLUÊNCIA DAS VARIÁVEIS DE COPRECIPITAÇÃO NAS  
CARACTERÍSTICAS MICROESTRUTURAIS DA SOLUÇÃO SÓLIDA  
 $ZrO_2:MgO$  POR MEIO DE MICROSSONDA ELETRÔNICA

Eliana N. S. Muccillo e Rejane A. Nogueira

Departamento de Metalurgia Nuclear, Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares, S.P.

A análise da influência das variáveis de coprecipitação nas características microestruturais de cerâmicas de  $ZrO_2:MgO$  foi feita por meio de microsonda eletrônica, utilizando-se as técnicas de análise puntual, pela qual se obtém quantitativamente as concentrações dos elementos na amostra e análise em linhas pré-estabelecidas por varredura mecânica, de onde são obtidos os perfis de concentração dos elementos. Soluções sólidas de  $ZrO_2:MgO$  foram preparadas pelo método da coprecipitação dos hidróxidos, partindo-se das soluções dos cloretos preparados em meio alcoólico e tituladas em soluções de  $NH_4OH$ . O material precipitado é lavado, seco e calcinado a  $600^\circ C$  por 30 minutos. Pastilhas foram preparadas por compactação uniaxial e sinterizadas ao ar em forno tubular a  $1450^\circ C$  por 4 horas. As pastilhas sinterizadas foram embutidas e polidas em pastas de diamante, de acordo com os procedimentos usuais, até  $1 \mu m$ .

Na tabela 1 tem-se o resultado da análise quantitativa do teor de  $MgO$ , onde se verifica que o valor determinado é sempre inferior ao previsto, como era de se esperar. O resultado da varredura mecânica em duas amostras (fig.1) mostra a importância da velocidade de agitação da solução durante a titulação, pois quanto maior é a velocidade de agitação maior é a homogeneidade da solução sólida (curva a: baixa velocidade e curva b: alta velocidade).

O outro parâmetro de extrema importância nas experiências de coprecipitação é a velocidade de gotejamento da solução dos cloretos no agente titulante, pois este parâmetro define a reprodutibilidade do método, já que para velocidades não muito elevadas pode-se ter a precipitação sucessiva, e não simultânea, dos hidróxidos. Na tabela II tem-se o resultado obtido em três experiências consecutivas, onde tem-se uma pequena variação da velocidade de gotejamento.

Por fim, uma das características do método da coprecitação é a produção de pós cerâmicos contendo aglomerados. Na fig.2 tem-se uma imagem de raios-X de Mg, aumentada de 765 X, exemplificando a forma desses aglomerados, que apresentam tamanhos compreendidos entre 4,5-8,5  $\mu\text{m}$ .

TABELA I - Valores previstos e determinados para a concentração de MgO em amostras de  $\text{ZrO}_2\text{:MgO}$ .

Amostra	Conc. % peso de MgO previsto	Conc. % peso de MgO determinado
A	5,457	3,259 $\pm$ 0,349
B	12,296	4,467 $\pm$ 0,543
C	3,134	2,040 $\pm$ 0,248

TABELA II - Valores determinados para a concentração de MgO em amostras preparadas consecutivamente com diferentes velocidades de gotejamento.

Amostra	Conc. % peso de MgO previsto	Conc. % peso de MgO determinado
A	5,457	1,739 $\pm$ 0,552
B	5,457	2,149 $\pm$ 0,377
C	5,457	5,472 $\pm$ 0,347

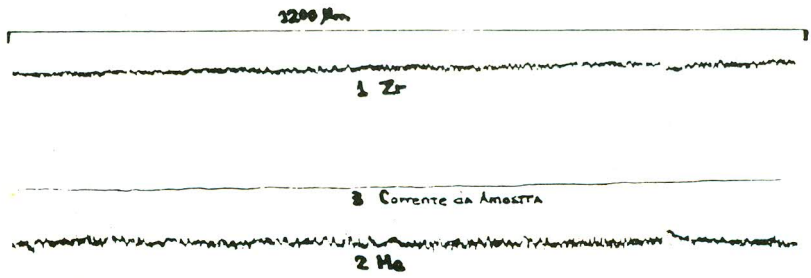
## REFERÊNCIAS

1. K. Haberko, Ceramurgia Int. 5.148(1979).
2. M.H. Thérasse, Ann Chem 2.1229(1977).
3. R.A. Nogueira, Cerâmica 30, 177(1984).



Perfis de Concentração de Zr e Mg (Amostra 5,5% MgO-94,5% ZrO<sub>2</sub> nom)

(a)



Perfis de Concentração de Zr e Mg (Amostra 12,3% MgO-87,7% ZrO<sub>2</sub> nom)

(b)

FIG.1 - Perfis de concentração de Zr e Mg em relação à velocidade de agitação. Curva a: baixa velocidade e curva b: alta velocidade.



FIG. 2 - Imagem de raios-X de Mg (765 x).