

## Estudo do comportamento mecânico da dureza e da morfologia do compósito $Al_2O_3$ -YAG

### *Behavior study mechanical hardness and morphology of composite $Al_2O_3$ -YAG*

<sup>1</sup> Adriano Ricardo Borges Costa

<sup>1</sup> Cristiano Augusto Manhães Silveira

<sup>1</sup> Gustavo de Assis Baião Miranda

<sup>1</sup> Jairo de Oliveira Silva

<sup>1</sup> Paula Chagas Silva de Oliveira

<sup>2</sup> Claudinei dos Santos

<sup>3</sup> Ricardo de Freitas Cabral

Artigo  
Original

Original  
Paper

#### Palavras-chave

$Al_2O_3$ -YAG

Morfologia

Propriedades  
Mecânicas

#### Resumo

Os óxidos cerâmicos possuem alta resistência à oxidação e à corrosão em ambientes agressivos e em elevadas temperaturas, o que torna o seu emprego bastante atraente em relação a outros cerâmicos. Na década de 90, diversos pesquisadores mostraram o YAG como sendo o óxido de maior resistência à fluência em elevadas temperaturas. Nesta pesquisa, os pós reagentes  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$  foram misturados nas proporções em peso de 63,65 e 36,35% e 80,00 e 20,00%, respectivamente. Após, a mistura foi moída em moinho de bolas, por 5h, secos em estufa por 48h, a 120 °C. Depois, foram desaglomerados em gral e pistilo e peneirado em peneiras de 120 mesh. Na etapa de compactação, os pós foram prensados em matriz e punção de aço, a 70 MPa, por 20s de aplicação de carga. No processo de sinterização, foram realizados em forno em 1500 e 1600 °C, com 3h de patamar, com taxa de aquecimento e resfriamento de 5 °C/min, ao ar. Foram produzidos cinco corpos de prova para cada condição de sinterização. As amostras sinterizadas foram cortadas, a fim de serem embutidas em baquelite. Após essa etapa, as amostras foram lixadas em lixas diamantadas e foram polidas em pasta de diamante. As amostras foram avaliadas por dureza por microindentação Vickers e por Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). As amostras sinterizadas a 1600 °C apresentaram uma microestrutura mais densa. A amostra, na composição eutética sinterizada a 1600 °C, apresentou maior dureza de 1200 HV.

#### Abstract

The oxide ceramics have high resistance to oxidation and corrosion in aggressive environments and at high temperatures, which makes its use very attractive compared to other ceramics. In the 90s, several researchers showed the YAG as the higher creep resistance oxide at elevated temperatures. In this research, the post reagents,  $Al_2O_3$  and  $Y_2O_3$  were mixed in the proportions by weight of 63.65 and 36.35% and 80.00 and 20.00%, respectively. After the mixture was ground in ball mill for 5 hours, dried in an oven for 48 h at 120 °C. After deagglomerated in a mortar and pestle and screening sieves 120 mesh. In the compression step, the powders were pressed in steel die and punch of 70 MPa for 20 s Load. In the sintering process were performed in an oven at 1500 and 1600 °C, 3h threshold, with heating and cooling rate of 5 °C/min in air. Were produced five specimens for each sintering condition. The sintered samples were cut in order to be embedded in bakelite. After this step the samples were ground in diamond abrasives and were polished in diamond paste. The samples were evaluated for hardness by Microindentação Vickers and Scanning Electron Microscopy (SEM). The samples sintered at 1600 °C showed a denser microstructure. The sample in the eutectic composition sintered at 1600 °C has high hardness 1200 HV.

#### Key-words

$Al_2O_3$ -YAG

Morphology

Mechanic Properties

<sup>1</sup> Mestrado em Materiais - UniFOA

<sup>2</sup> Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Faculdade de Tecnologia Campus Regional de Resende - UERJ

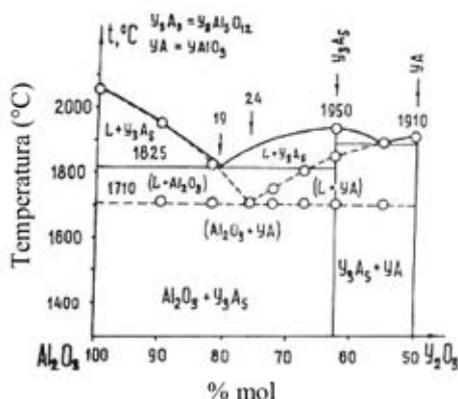
<sup>3</sup> Professor responsável Doutor - UniFOA / Professor Doutor - Centro Universitário Geraldo Di Biase - UGB

## 1. Introdução

O YAG possui coeficiente de expansão térmica semelhante ao do  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , com o qual é quimicamente estável, quando em contato. Além disso, não sofre mudança de fase até a temperatura de fusão e forma um eutético com o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , que permite um processamento por fusão e resiste à vaporização em baixas pressões parciais de  $\text{O}_2$ , (LI, 1999, p. 1073-1080, PARTHASARATHY, 2004, p. 380-390). Isso torna o compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG bastante atraativo. Vários estudos indicaram propriedades mecânicas superiores desse material em temperaturas acima de 1500 °C (WAKU, 1998, p. 1217-1225, LI, 1999, p. 1073-1080, WANG, 2001, p. 721-723, PARTHASARATHY, 2004, p. 380-390).

A Figura 1 ilustra o gráfico com a temperatura de equilíbrio eutético do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG, em 1825 °C e composição em mols de 19% para o  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , obtidos por Lakiza (1997, p. 893-902). As linhas indicam o equilíbrio metaestável do  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAP, a 1710 °C, que possui composição em mols de 24% de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . O autor obteve os pontos de transformação de fase por meio da análise de DTA, indicada com (O).

**Figura 1 - Diagrama de fases binário do sistema eutético  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ : (O) DTA em He**



Fonte: (LAKIZA, 1997, p. 893-902)

O processo de formação do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG, por meio da sinterização da mistura  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ , ocorre inicialmente pela formação de duas fases intermediárias, YAM e YAP (NEIMAN, 1980, p. 2340-2345, WEN, 2004, p. 2681-2688, WON, 2011, p. 2611-2626).

Nas pesquisas de Neiman (1980, p. 2340-2345), Wen (2004, p. 2681-2688) e Won

(2011, p. 2611-2626), foram desenvolvidas as Equações 1 a 3, que mostram as sucessivas etapas do processo de formação do YAG:



O objetivo desta pesquisa foi o de produzir o compósito bifásico  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e avaliar as suas propriedades mecânicas e morfológicas, visando suas possíveis aplicações estruturais.

## 2. Procedimentos Experimentais

Foram produzidas duas composições a partir dos pós iniciais de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (TIPO A-1000 SG - Alcoa Alumínio S.A), com pureza de 99,83% e  $\text{Y}_2\text{O}_3$  (TIPO REO, -Alfa Aesar), com pureza de 99,90%. Esses pós foram misturados nos percentuais de 80,00% em peso e 20,00% ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , respectivamente) para a primeira composição e 63,65% e 36,35%, para a segunda composição, respectivamente. A segunda composição é a eutética, com 18,5 % em mol de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e a primeira é a que está fora do eutética, o que é permissível no compósito bifásico.

Essas misturas foram moídas em moinho planetário de bolas, do IME, por 2h. Esse processo foi realizado duas vezes, com medidas assimilares dos compostos utilizados. Ao iniciar o primeiro processo, foi necessário realização da pesagem dos compostos ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), utilizando 31,83 g e 18,17 g, respectivamente. Ao misturar os compostos no Becker, foi adicionado água ultra pura (50 ml) e esferas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Após, as misturas foram depositadas no copo de moagem do moinho Planetário de alta energia. O processo durou 2 horas, ajustado com a frequência de 400 rpm, com intervalos de 20 segundos a cada 10 minutos, com inversão de sentido. Para a segunda moagem dos compostos ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), utilizando 40 g e 10 g, respectivamente, os procedimentos foram os mesmos.

Depois teve início o processo de peneiramento no peneirador, do UniFOA, utilizando-se uma peneira de 100 mesh.

Os corpos verdes foram moldados por prensagem uniaxial (ação única de pistão) dos pós em matriz e punção cilíndricos de aço temperado, a 70 MPa-30s, em uma prensa de bancada NOWAK da UERJ-FAT. As misturas

foram sinterizadas a temperaturas de 1500 e 1600 °C, por 3h, com taxa de aquecimento e resfriamento de 5 °C/min, em forno MAITEC F1650, da UERJ-FAT. A Tabela 1 apresenta cada composição dos Compósitos Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG.

**Tabela 1 - Tabela de Proporções de Compostos das amostras**

Amostra	% p	% p	Temperatura
1	63,65 %	36,35%	1500 °C
2	80,00%	20,00%	1500 °C
3	63,65 %	36,35%	1600 °C
4	80,00%	20,00%	1600 °C

O corte das Secções das amostras foi efetuado em uma cortadeira de amostras de Precisão Marca Buehler, Modelo Isomet 1000, com Disco Diamantado, velocidade de 475 rpm, utilizando-se água como líquido refrigerante.

No embutimento, as seções selecionadas das amostras foram embutidas em moldes de baquelite, por intermédio de uma Embutidora Marca AROTEC, Modelo PRE 30MI.

Foi utilizada para o Lixamento, a Politriz automática Marca BUEHLER, Modelo Automet 250, com velocidade de 220 RPM e pressão de 100 lbs/pol<sup>2</sup>, além de água como líquido refrigerante. Foram utilizadas Lixas diamantadas de 45 microns por 05 minutos e de 15 microns, por 20 minutos.

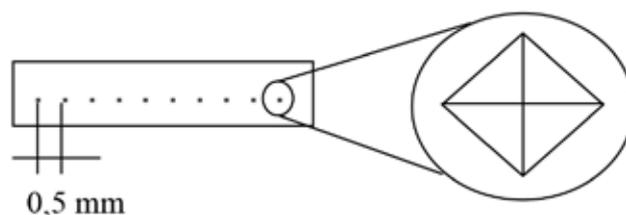
O Polimento foi efetuado para as 4 amostras na mesma Politriz do Lixamento, com Calibragem para Polimento, Pressão 100 lbs/pol<sup>2</sup>, Rotação de 220 RPM e com uso de Antiabrasivo Óleo lubrificante de preparação de amostra Marca Arotec Monoetilenoglicol. Durante o polimento, foi adicionado óleo a cada 03 minutos, em cada etapa. O processo de polimento foi composto de 05 fases, com uso

de pastas de 15 a 01 microns, por 30 min cada. Nessa etapa do processo, foi utilizado um MEV (Microscópio Eletrônico de Varredura) da marca Hitachi e modelo TM 3000, do UniFOA, onde foram visualizadas as amostras fraturadas, por elétrons secundários.

Os pós, como recebidos, foram caracterizados por difração de raios X (DRX). Nas análises de DRX, o tempo de coleta das amostras sinterizadas foi de 5s por ponto de contagem, com passo angular de 0,05°. Foi utilizado um difratômetro Shimadzu, modelo XRX 6100, do UniFOA, com radiação CuK $\alpha$  de comprimento de onda 1,5453 Å, com uma tensão de tubo de 60 kV, corrente de 1,5 A e varredura com 2 $\theta$  entre 20 e 80°.

Esse tipo de ensaio é utilizado para teste de Dureza de materiais (SANTOS, 2008). Efetuado o ensaio pela técnica de Dureza Vickers em Microdurômetro Marca Time Group, Modelo: DHV1000, as indentações foram efetuadas em cada amostra (Figura 2), de 0,5 mm em 0,5mm de distância, sendo coletadas 10 impressões de diagonais de marca de superfície, com 1kgf de carga, por 30 s.

**Figura 2 - Esquemática das impressões no Microdurômetro**

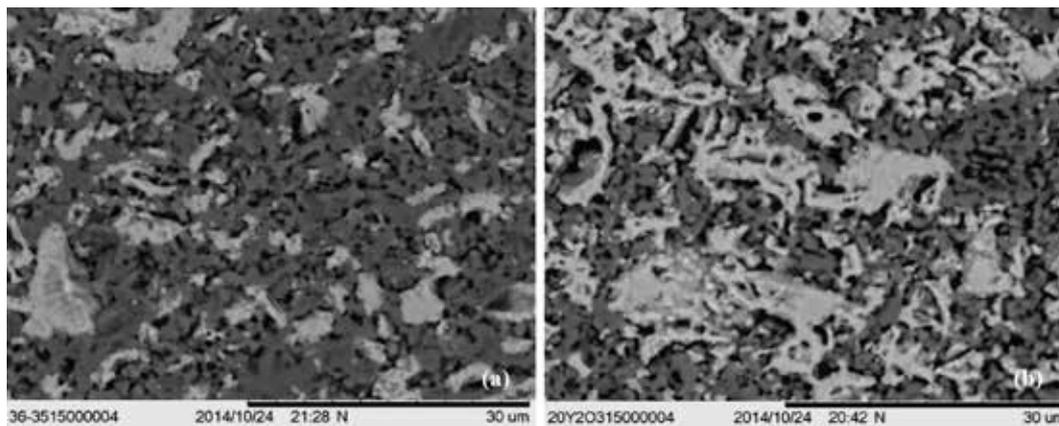


### 3. Resultados e Discussões

As Figuras 3 (a) e (b) mostram as imagens de MEV, das amostras sinterizadas a 1500 °C, com 36,35 e 20% em peso de  $Y_2O_3$ , respectivamente. Foram verificados muitos arrancamentos na amostra com 20% em peso de  $Y_2O_3$  (Figura 3 (b)), que são oriundos do processo de lixamento e polimento

e, ainda os grãos, apresentaram-se com tamanhos não homogêneos. Essas características corroboram os resultados de dureza (Figura 7). Por outro lado, na composição com 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , o resultado foi melhor, devido, provavelmente, à maior formação da fase YAG (CABRAL, 2014). O resultado de dureza apresentou maior valor, corroborando sua microestrutura.

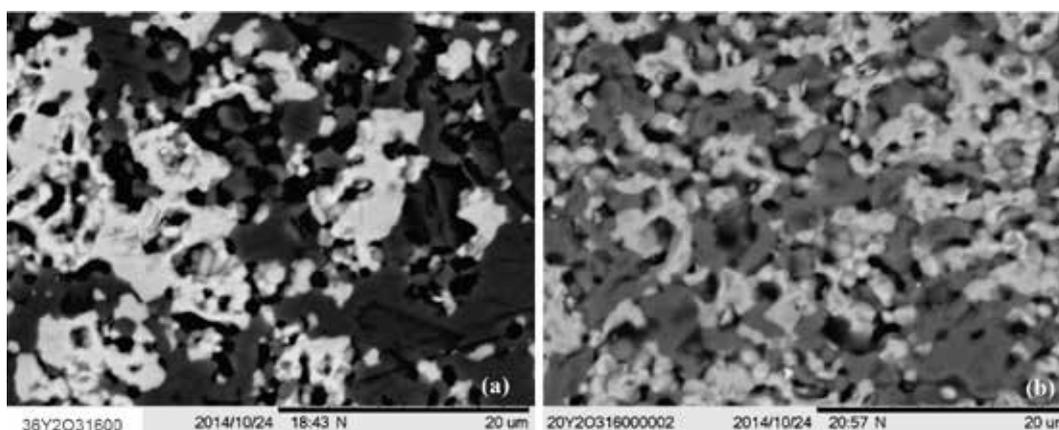
**Figura 3 - Amostras sinterizadas a 1500 °C, sob aumento 4000 X: (a) 36,35% em peso de  $Y_2O_3$  e (b) 20% em peso de  $Y_2O_3$**



Nas Figuras 4 (a) e (b) foram verificadas menor porosidade, em comparação às composições das Figuras 3 (a) e (b), devido à maior temperatura de sinterização, que foi de 1600 °C. Os grãos estão mais homogêneos, dando um aspecto mais regular e bem definido. E essas características se refletem nos resultados de dureza, como pode ser visto

na Figura 7, onde os resultados foram superiores, em comparação as das composições das Figuras 3 (a) e (b). Porém, para a amostra com 20% em peso de  $Y_2O_3$ , o seu valor de dureza ficou inferior ao da composição, com 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , a 1500 °C. Possivelmente esse fato ocorreu devido ao seu menor percentual de fase YAG formada (CABRAL, 2014).

**Figura 4 - Amostras sinterizadas a 1600 °C, sob aumento 4000 X: (a) 36,35% em peso de  $Y_2O_3$  e (b) 20% em peso de  $Y_2O_3$**



As Figuras 5 (a) e (b) e Figuras 6 (a) e (b) apresentam os difratogramas de raios X, das matérias-primas e dos produtos sinterizados, respectivamente.

Figura 5 - Difratogramas de raios X das matérias-primas utilizadas neste trabalho: (a)  $Al_2O_3$  e (b)  $Y_2O_3$

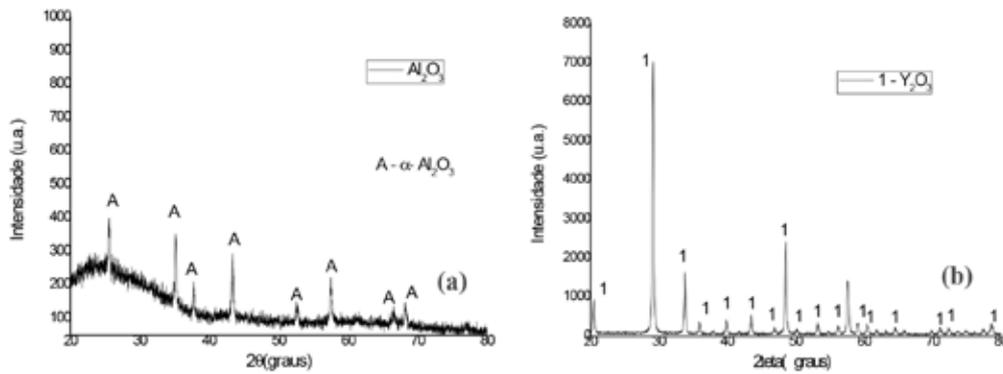
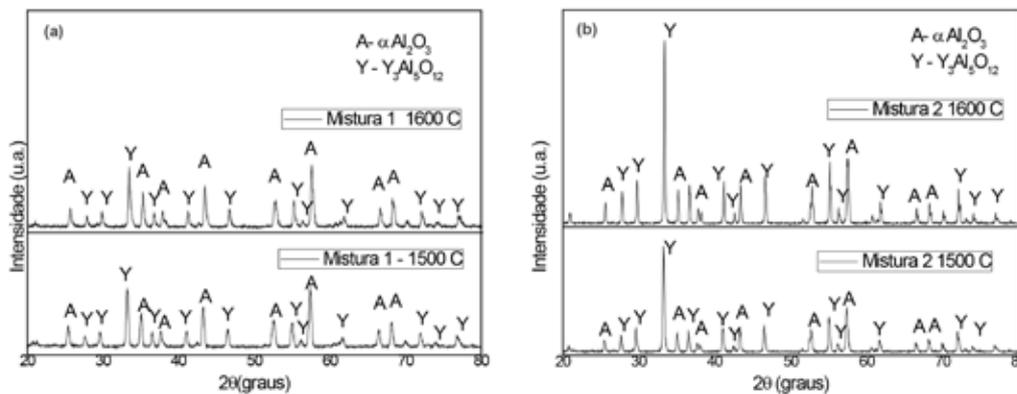


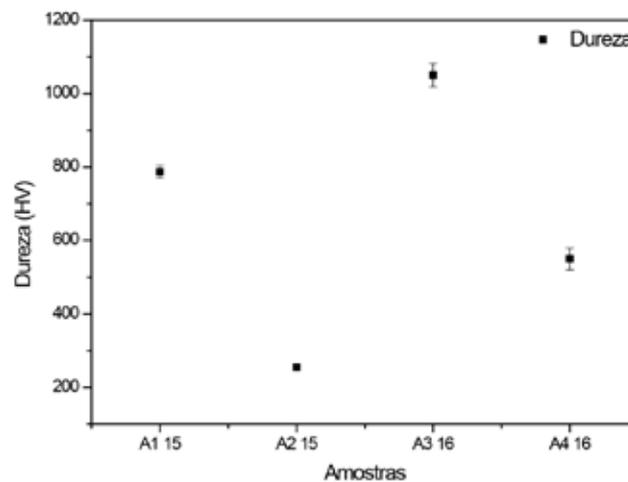
Figura 6 - Difratogramas de raios X das amostras sinterizadas em diferentes composições e temperaturas: (a) mistura 1, 1500 e 1600 °C e (b) mistura 2, 1500 e 1600 °C



A Figura 7 apresenta os resultados de dureza por microindentação Vickers das amostras sinterizadas a 1500 e 1600 °C, com 36,35 e 20% em peso de  $Y_2O_3$ . Foi possível verificar dois comportamentos: o primeiro é que a dureza é maior em maiores tempera-

turas e, o outro, a maior dureza deve-se ao fato do maior percentual de  $Y_2O_3$ . Isso ocorre porque haverá maior percentual de fase YAG formada no processo de sinterização (LI, 1999, p. 1073-1080; PARTHASARATHY, 2004, p. 380-390).

Figura 7 - Valores de dureza das amostras sinterizadas a 1500 °C e 1600 °C com 20 e 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , sob 1000 g (10 N)



#### 4. Conclusão

Os valores de dureza aumentaram em função do aumento de temperatura e percentuais de  $Y_2O_3$ .

Nas composições sinterizadas a 1500 °C, houve muitos arrancamentos oriundos da preparação ceramográfica.

As amostras sinterizadas a 1600 °C apresentaram grãos mais homogêneos, com aspectos mais regulares.

#### Referências

CABRAL, R. F., LOURO, L. H. L., PRADO da SILVA, M. H., CAMPOS, J. B., LIMA, E. S., Síntese e caracterização do compósito  $Al_2O_3$ -YAG e do  $Al_2O_3$ -YAG e  $Al_2O_3$  aditivados com  $Nb_2O_5$ , **Cerâmica**, v. 58, p. 14-19, 2012.

LI, W. Q.; GAO, L., Processing, Microstructure and Mechanical Properties of 25 vol% yag- $Al_2O_3$  nanocomposites. **NanoStructure Materials**, v. 11, p. 1073-1080, 1999.

LAKIZA, S. M., LOPATO, L. M., Stable and Metastable Phase Relations in the System Alumina-Zirconia-Yttria. **Journal of the American Ceramic Society**, v. 80, p. 893-902, 1997.

NEIMAN, A. Y., TKACHENKO, E. V., et al., Conditions and Macromechanism of the Solid-phase Synthesis of Yttrium Aluminates. **Russian Journal of Inorganic Chemistry**, v. 25, p. 2340-2345, 1980.

PARTHASARATHY, T. A., MAH, T., MATSON, L.E., Processing, Structure and Properties of Alumina-YAG Eutectic Composites. **Journal of Ceramic Processing Research**, v. 5, p. 380-390, 2004.

WAKU, Y., NAKAGAWA, N., WAKAMOTO, T., OTSUBO, H., SHIMIZU, K., KOHTOKU, Y., High Temperature Strength and Thermal Stability of Unidirectionally Solidified  $Al_2O_3$ /YAG Eutectic Composite. **Journal of Materials Science**, v. 33, p. 1217-1225, 1998.

WANG, H., GAO, L., Preparation and Microstructure of Polycrystalline  $Al_2O_3$ -YAG composites. **Ceramics international**, v. 27, p. 721-723, 2001.

WEN, L., SUN, X., XIU, Z., et al, Synthesis of Nanocrystalline Yttria Powder and Fabrication of Transparent YAG Ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 24, p. 2681-2688, 2004.

WON, C. W., NERSISYAN, H. H., WON, H. I., et al, Efficient solid-state route for the preparation of spherical YAG: Ce phosphor particles. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 509, p. 2611-2626, 2011.