

Caracterização das propriedades do compósito Zircônia-Espinelio

Characterization of properties of composite Zirconia-Spinel

¹ Adailson da Silva Duarte

¹ Amanda Torres Brandão

¹ Carlos Henrique Silveira de Castro

¹ Eduardo Siqueira Rocha Gouvêa

¹ Liliam Carmo de Castro

¹ Paula Cipriano da Silva

² Claudinei dos Santos

³ Ricardo de Freitas Cabral

Artigo
Original

Original
Paper

Palavras-chave

Zircônia

Espinelio

Dureza

Microestrutura

Resumo

As cerâmicas do tipo espinélio têm propriedades excelentes e sustentam sua aplicação industrial: alto ponto de fusão (2135 °C), grande estabilidade em baixas e altas temperaturas, baixa condutividade térmica, alta resistência aos ácidos, dentre outras. Por isso, o espinélio é largamente utilizado como material refratário em fornos industriais e para uso como material de resistência à corrosão em cadinhos. Nesta pesquisa, foram preparados materiais cerâmicos compostos de Zircônia e Espinelio nas proporções de 90:10, 80:20, 70:30, 60:40 e 50:50 de espinélio e zircônia, respectivamente. Para esses materiais foram empregadas as seguintes caracterizações: microscopia óptica, microscopias eletrônicas de varredura (MEV) e dureza por microindentação Vickers. Os procedimentos foram realizados com diferentes proporções de zircônia e espinélio, para verificar a influência da concentração de zircônia na dureza do material. O composto cerâmico com maior percentual de zircônia apresentou a maior dureza, de 300 HV.

Abstract

The ceramic spinel type have excellent properties, sustaining its industrial application: high melting point (2135 °C), high stability at low and high temperatures, low thermal conductivity, high resistance to acids, among others. Therefore, spinel is widely used as a refractory material in industrial furnaces and for use as corrosion resistant material crucibles. In this research, ceramic composite materials were prepared zirconia and spinel in proportions of 90:10, 80:20, 70:30, 60:40 and 50:50 spinel and zirconia, respectively. For these materials were used the following characterizations: optical microscopy, electronic microscopy (SEM) and Vickers hardness by microindentação. Were carried out with different proportions of zirconia and spinel, to verify the influence of zirconia concentration in the hardness of the material. The ceramic compound with the highest percentage of zirconia showed the highest hardness of 300 HV.

Key-words

Zirconia

Spinel

Hardness

Microstructure

¹ Mestrado em Materiais - UniFOA

² Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Faculdade de Tecnologia Campus Regional de Resende - UERJ

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

1. Introdução

Cerâmicas são sólidos inorgânicos constituídos por elementos metálicos e não metálicos que apresentam entre si ligações covalentes e iônicas. A classe dos materiais cerâmicos apresenta uma grande variedade com propriedades e aplicações diversificadas. Esses materiais são, tradicionalmente, utilizados no setor de construção civil, na fabricação de revestimentos e produtos relacionados, sendo denominadas cerâmicas tradicionais que, devido ao nível de exigência estrutural e solicitações mecânicas aos quais são submetidos, não demandam requisitos elevados de propriedades ^[1].

O espinélio ($MgAl_2O_4$) é um mineral natural que é encontrado na areia em conjunto com pedras calcárias, dolomitas e, às vezes, com granito ou como sedimentos isolados. Cristais de espinélio apresentam simetria cúbica bem desenvolvida, são incolores ou pigmentados, transparentes, brilhantes ou turvos, nos quais se observam com frequência a formação geminada. ^[2, 3] São uma das estruturas cristalinas mais interessantes no desenvolvimento de pigmentos estáveis e quimicamente inertes. Nessa estrutura, íons de diferentes estados de oxidação estão presentes tanto em sítios tetraédricos quanto em octaédricos. Além disso, existem diversas formas de se arranjar os cátions nesses sítios (espinélio normal e inverso). Essas características levaram ao desenvolvimento de diferentes cores, sendo estas intensas e estáveis, adequadas ao uso como pigmentos. ^[2]

Materiais cerâmicos à base de zircônia apresentam várias vantagens em relação a outros materiais cerâmicos, devido à atuação do mecanismo de transformação de aumento de tenacidade, operando em sua microestrutura e elevando assim suas propriedades mecânicas. Esse comportamento é decorrente do mecanismo de reforço por transformação de fase, em que os grãos de zircônia tetragonal, ao serem transformados para fase monoclinica, induzem um campo de tensões que dificulta a propagação de trincas e, portanto, a ruptura da peça cerâmica. A cerâmica de zircônia (ZrO_2) vem se destacando não só na Engenharia como também na Medicina e na Odontologia, por apresentar elevadas propriedades mecânicas,

alta estabilidade química, biocompatibilidade e adequada aparência estética. Esse material é usado rotineiramente em Engenharia para a confecção de ferramentas de corte, refratários, abrasivos, opacificadores e outros materiais estruturais, sendo mais recentemente utilizado na confecção de sensores de oxigênio, células de combustão e recobrimentos térmicos, enquanto na Medicina o seu emprego maior é na confecção de próteses ortopédicas. A zircônia possui como propriedades: elevadas propriedades mecânicas, baixa condutividade térmica, elevada resistência à corrosão, estabilidade em altas temperaturas e coeficiente de expansão térmica semelhante à das ligas de aço ^[3]

Neste trabalho, foram analisadas ligas de espinélio e zircônia com concentrações diferentes, a fim de se avaliar as mudanças da estrutura do material com as diferentes proporções de 90:10, 80:20, 70:30, 60:40 e 50:50 de espinélio e zircônia, respectivamente.

2. Procedimentos Experimentais

2.1. Preparação ceramográfica

Foi utilizado o embutimento a quente na Embutidora Marca AROTEC, Modelo PRE 30MI, onde a amostra a ser analisada é colocada em uma prensa de embutimento com a resina baquelite, de baixo custo e dureza relativamente alta, quando a amostra é embutida em materiais termoplásticos por meio de prensas, utilizando-se pressão e aquecimento para efetuar a polimerização. O método consiste em colocar o corpo de prova com a face que se quer analisar em contato com o êmbolo inferior da máquina de embutimento. Após apertar o êmbolo, coloca-se a resina na câmara de embutimento pressionando-a com 100 Kgf a 165 °C, levando 15 minutos para aquecer a essa temperatura e, em seguida, é realizado o resfriamento até 50 °C. ^[1]

O lixamento é uma remoção de material que utiliza partículas abrasivas fixas, lascando o material da amostra. O processo de lascagem com grãos abrasivos afiados produz as menores quantidades de deformação na amostra, enquanto removem o material a mais alta taxa de remoção. O polimento utiliza basicamente o mesmo mecanismo que o lixamento ^[3] e

inclui as etapas finais do processo de preparação. Ao utilizar sucessivamente tamanhos de grão menores, o polimento pode remover todas as deformações e riscos do lixamento. [3]

As amostras de cerâmica foram colocadas na polítrix automática e lixadas com uma lixa de carbetto de 320, 600 e 1200 por 5 minutos cada. Em seguida, as amostras foram lixadas por uma lixa diamantada também pelo tempo de 5 minutos. Em seguida, o material passou pela cera de polimento por 30 minutos. A força utilizada no processo foi de 120 N.

2.2. Análise por Microscopia Óptica

O microscópio ótico permite a análise da superfície do material, com ampliações de 10x, 20x, 40x e até 100x. Essa análise ajuda a avaliar a microestrutura do material, verificando se existe alguma falha após o lixamento, como arranhões e lascas. A análise foi realizada com microscópio ótico marca Spectro, modelo Opton, utilizando-se as ampliações de 10x, 20x e 40x.

2.3. Microdureza Vickers

A dureza é uma propriedade mecânica do material que está relacionada à facilidade ou dificuldade de deformação plástica localizada, ou seja, é a resistência que o material oferece às pequenas impressões ou riscos. [4,5] Ensaio de dureza Vickers é um método de classificação da dureza dos materiais, em que se utiliza uma pirâmide da base quadrada de diamante com ângulo de diedro de 136° que é comprimida, com uma força arbitrária “F”, contra a superfície do material. Nesse tipo de ensaio, as cargas aplicadas são muito menores do que para os ensaios Rockwell e Brinell, variando entre 1 e 1000g. [4, 5] Calcula-se a área da superfície impressa pela medição das suas diagonais (Figura 1) e a dureza Vickers HV é dada pela equação 1:

$$HV = \frac{P}{A_p} = \frac{2 * P * \text{Sen} \frac{136^\circ}{2}}{D^2} \approx 1,8544 \frac{P}{D^2}$$

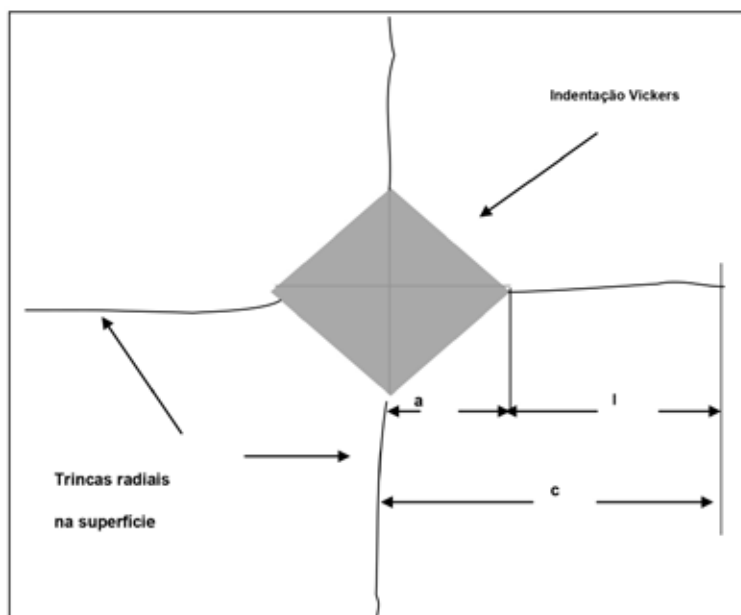
Onde,

P = é a carga em kgf

D = é a média aritmética entre as duas diagonais (2x a)

HV = é a dureza Vickers

Figura 1 - Desenho esquemático da Indentação Vickers



Esse ensaio foi realizado utilizando-se o microdurômetro Time Group-China (UniFOA), com carga de 1 kg e com tempo de aplicação da carga de 15 segundos. Realizou-se 4 medidas de forma aleatória em cada amostra para um valor mais preciso.

2.4. Análise por MEV

As caracterizações microestruturais das amostras foram realizadas por meio da análise de microscopia eletrônica de varredura, com o uso de elétrons secundários. Para este trabalho foi utilizado o microscópio eletrônico HITACHI TM3000 (UNIFOA), com tensão de aceleração de 15kV e filamento de tungstênio.

3. Resultados e Discussões

3.1. Microscopia óptica

Pelas imagens ópticas, pode-se observar um material com uma microestrutura homogênea, nas proporções de 50:50, porém, nas amostras em que a concentração de zircônia é menor que a de espinélio, como nas proporções 90:10, 80:20 70:30 e 60:40, pode-se observar que a tonalidade do material se torna um pouco mais turva, de forma que a zircônia proporcione uma maior translucidez ao material, como pode ser visto na Tabela 1.

Tabela 1 - Imagens de microscopia óptica das composições, 90:10, 80:20 70:30, 60:40 e 50:50, de espinélio e zircônia, respectivamente

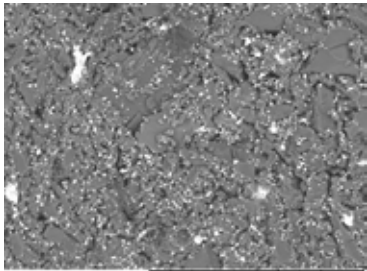
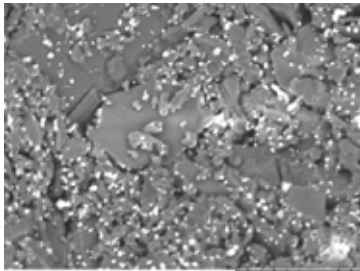
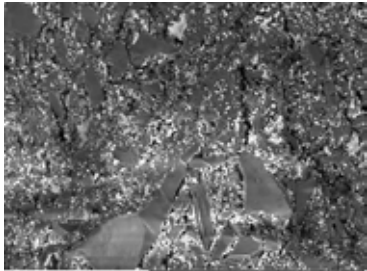
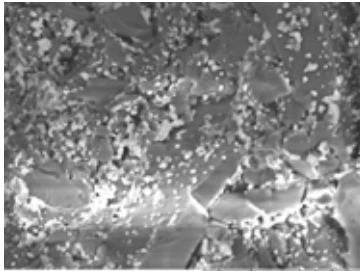
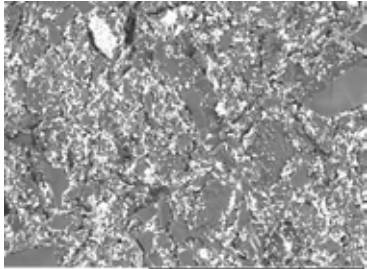
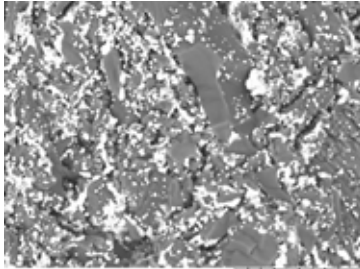
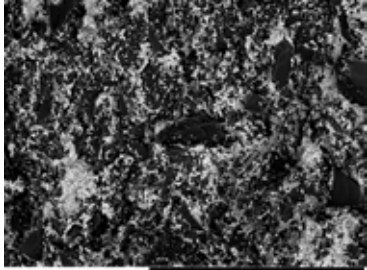
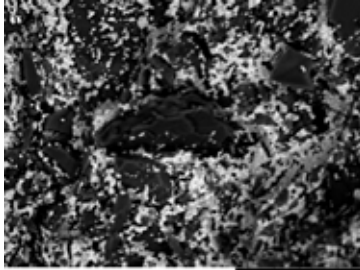
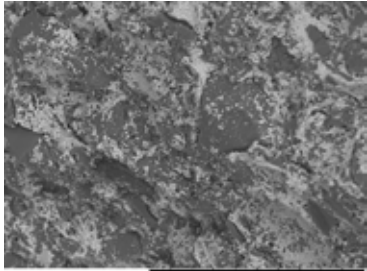
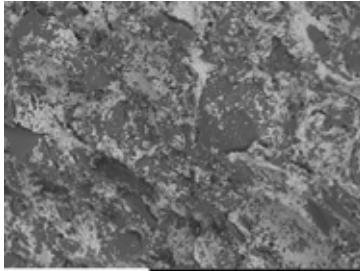
Amostras X Ampliações	90:10	80:20	70:30	60:40	50:50
10x					
20x					
40x					

3.2. MEV

A Tabela 2 apresenta imagens de MEV das amostras de espinélio e zircônia, nas proporções de 90:10, 80:20 70:30, 60:40 e 50:50, respectivamente, sob as ampliações de 1000X

e 2000X. Pode-se observar que há uma granulometria irregular, com partículas de formas e tamanhos diferentes, o que torna a porosidade mais fácil de ser observada e, devido à essa irregularidade, pode-se avaliar que a propagação de trincas se prolongaria com maior facilidade.

Tabela 2 - Microestruturas das composições, 90:10, 80:20 70:30, 60:40 e 50:50, de espinélio e zircônia, respectivamente

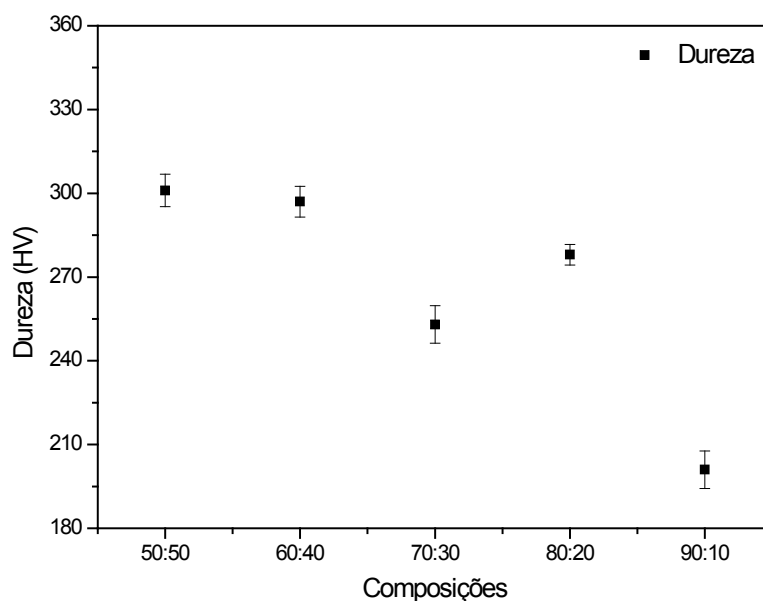
Ampliações X Amostras	1000X	2000X
90:10		
80:20		
70:30		
60:40		
50:50		

3.3. Microdureza

Para obtenção dos valores de dureza dos materiais, foram realizados ensaios de microdureza Vickers, com carga de 1kg. Devido ao tipo de material, mesmo utilizando o equipamento disponível com sua carga máxima, as indentações realizadas no material não foram profundas o suficiente, o que trouxe dificuldade em realizar

a medição das mesmas. Pode-se verificar que, exceto pela composição 70:30, o valor de dureza do material tem uma tendência a aumentar com o aumento de zircônia na sua composição, como pode ser visto na Figura 2. Possivelmente, a composição de 70:30 apresentou menor valor devido aos arrancamentos oriundos do processo de lixamento que ocasionaram, consequentemente, resultados inferiores.

Figura 2 - Valores de dureza por microindentação Vickers das composições 50:50, 60:40, 70:30, 80:20 e 90:10 de espinelio e zircônia, respectivamente.



4. Conclusões

A partir das análises dos resultados obtidos do compósito zircônia-espinelio em diferentes proporções, nas micrografias realizadas no microscópio óptico, verificou-se que o acréscimo de zircônia provoca uma maior homogeneidade na estrutura da amostra. Nas proporções de 80:20 e 90:10, observou-se um material mais turvo.

Nas microestruturas de MEV, pode-se verificar o aumento da região branca, representada pelo acréscimo de zircônia, porém, devido aos grânulos serem heterogêneos, provavelmente, o material seria mais passível a propagação de trincas.

Nos resultados da dureza, verificou-se que o maior valor de dureza foi na composição com 50:50 de espinelio e zircônia, com 301 HV.

Referências

- [1] **METALOGRAFIA PREPARAÇÃO DE AMOSTRAS** (Brasil). Rio de Janeiro, 2010. Disponível em: <<http://www.urisan.tche.br/~lemm/metalografia.pdf>>. Acesso em: 18 nov. 2014.
- [2] INSTITUTO FEDERAL DE EDUCAÇÃO, Ciência e Tecnologia (Brasil). **Microscópio Óptico**. São Paulo, 2014. Disponível em: <<http://www.ebah.com.br/content/ABAAAAXycAD/microscopia-optica/>>. Acesso em: 27 nov. 2014.
- [3] STRUERS (Brasil). **Produtos Metalográficos**. Rio de Janeiro, 2014. Disponível em: <http://www.struers.com/default.aspxdoc_id=105&admin_language=9&top_id=5&main_id=19&sub_id=27/>. Acesso em: 21 nov. 2014.
- [4] WILLIAM D. CALLISTER Jr. **Ciência Engenharia de Materiais - Uma Introdução**. 8. ed. São Paulo: LTC, 2012.
- [5] SHAHDAD, S. A.; MCCABE, J. M.; RUSBY, S.; WASSELL, R. W. Developments in denture teeth to prevent softening by food solvents. **Journal of Materials Science: Materials in Medicine**, Newcastle, v. 18, p. 1599-1603, 2007.
- [6] UNIVERSIDADE FEDERAL DE OURO PRETO. **Microscópio Eletrônico de Varredura**. Minas Gerais, 2014. Disponível em: <<http://www.degeo.ufop.br/laboratorios/microlab/mev.htm/>> Acesso em 26 nov. 2014.