

## ANÁLISE MICROESTRUTURAL E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE Y-TZP

H. Basani; J.C. Bressiani e Ana H.A. Bressiani  
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN  
Divisão de Materiais Cerâmicos - MMC  
São Paulo - SP

### RESUMO

Corpos densos de Y-TZP (Zircônia Tetragonal Policristalina estabilizada com ítria) com microestrutura homogênea foram obtidos por diferentes tratamentos térmicos. Análise microestrutural foi realizada empregando-se difratometria de raios X e microscopia eletrônica de varredura. A tenacidade à fratura das várias amostras foi determinada utilizando-se o ensaio de impressão Vickers tendo sido empregadas para o cálculo do  $K_{IC}$  15 equações diferentes para trinças radial/mediana e 4 para o tipo Palmqvist. Os resultados obtidos variam consideravelmente dependendo da equação utilizada e em alguns casos com o tratamento térmico empregado.

### ABSTRACT

#### MICROSTRUCTURAL ANALYSIS AND MECHANICAL PROPERTIES OF Y-TZP

Y-TZP dense bodies with homogeneous microstructures have been produced by different sintering schedules. Microstructural analysis was carried out by using X-Ray diffractometry and scanning electron microscopy. Fracture toughness of several samples was determined using the Vickers indentation method and by the application of 15 equations that considered radial/median cracks and 4 equations related to Palmqvist cracks for  $K_{IC}$  calculations. The results varied considerably depending on the equation used and in certain cases, on the sintering route.

## I-Introdução

A determinação do fator de intensidade de tensão crítica ( $K_{Ic}$ ) em materiais cerâmicos pode ser feita por vários métodos, dentre os quais destaca-se o método de impressão Vickers. As vantagens deste método compreendem a utilização de amostras de pequenas dimensões, a facilidade de preparação de corpos de prova, a relativa simplicidade dos equipamentos de impressão e de medição do comprimento das trincas, e por último o baixo custo e a rapidez do ensaio (1,2).

Entretanto as desvantagens do método de impressão Vickers podem ser resumidas na imprecisão de medição do comprimento das trincas produzidas no ensaio, a diversidade dos modelos propostos para o cálculo do  $K_{Ic}$  e discrepância entre os valores de tenacidade por impressão Vickers e aqueles obtidos pelos métodos convencionais como o de tenacidade a fratura em barra entalhada (SENB) (1).

Neste trabalho foram utilizadas quinze equações distintas baseadas na geometria de trincas radial/mediana e quatro considerando trincas tipo Palmqvist para a determinação do  $K_{Ic}$  pelo método de impressão Vickers. As determinações foram feitas em diversas amostras de Y-TZP com microestrutura controlada obtidas sob diferentes condições de processamento.

As equações utilizadas são denominadas segundo os nomes dos autores dos modelos correspondentes (3).

### Equações para trincas tipo radial/mediana

$$\text{Lawn e Swain } K_{Ic} \text{ LS} = 0,0101 P / (ac)^{1/2} \quad (1)$$

$$\text{Lawn e Fuller: } K_{Ic} \text{ LF} = 0,0515 P / c^{3/2} \quad (2)$$

$$\text{Evans e Wilshaw: } K_{Ic} \text{ EW} = 0,079 (P/a)^{3/2} \log(4,5 a/c) \text{ para } 0,6 \leq c/a < 4,5 \quad (3)$$

$$\text{Evans e Charles: } K_{Ic} \text{ EC} = 0,0824 P / c^{3/2} \quad (4)$$

$$\text{Evans e Davis: } K_{Ic} \text{ ED} = 0,4636 (P/a)^{3/2} (E/Hv)^{2/5} (10^F) \quad (5)$$

$$\text{sendo } F = -1,59 - 0,34B - 2,02B^2 + 11,23B^3 - 24,97B^4 + 16,32B^5 \\ \text{e } B = \log(c/a)$$

$$\text{Blendell: } K_{Ic} \text{ B} = 0,0141 (P/a)^{3/2} (E/Hv)^{2/5} \log(8,4a/c) \quad (6)$$

$$\text{Lawn, Evans e Marshall: } K_{Ic} \text{ LEM} = 0,0134 (E/Hv)^{1/2} (P/c)^{3/2} \quad (7)$$

$$\text{Anstis, Chantikul, Lawn e Marshall: } K_{Ic} \text{ ACLM} = 0,0154 (E/Hv)^{1/2} (P/c)^{3/2} \quad (8)$$

$$\text{Niihara, Morena e Hasselman: } K_{Ic} \text{ NMH1} = 0,0330 (E/Hv)^{2/5} (P/c)^{3/2} \quad (9)$$

$$\text{para } c/a \geq 2,5$$

$$\text{Lankford: } K_{Ic} \text{ L} = 0,0363 (E/Hv)^{2/5} (P/a)^{1,5} (a/c)^{1,56} \quad (10)$$

$$\text{Miranzo e Moya: } K_{Ic} \text{ MM1} = 0,0232 \{f(E/Hv)\} P / (ac)^{1/2} \text{ para } c/a \leq 2,8 \quad (11)$$

$$\text{Miranzo e Moya: } K_{Ic} \text{ MM2} = 0,0417 \{f(E/Hv)\} P / (a^{0,42} c^{1,08}) \text{ para } c/a \geq 2,8 \quad (12)$$

$$\text{sendo } f(E/Hv) = \{(\beta_{\text{exp}}^2 / \delta) - 1,5\} / 0,75 \text{ no qual } \delta = 2(1 + 31n\beta_{\text{exp}}) / 3$$

$$\text{e } \beta_{\text{exp}} = 0,768 (E/Hv)^{0,408}$$

$$\text{Laugier: } K_{Ic} \text{ L1} = 0,0095 (E/Hv)^{2/3} (P/c)^{3/2} \quad (13)$$

$$\text{Laugier: } K_{Ic} \text{ L2} = 0,022 (E/Hv)^{2/5} (P/c)^{3/2} \quad (14)$$

$$\text{Tanaka: } K_{Ic} \text{ T} = 0,035 (E/Hv)^{1/4} (P/c)^{3/2} \quad (15)$$

Equações para trincas tipo Palmqvist

$$\text{Niihara, Morena e Hasselman: } K_{Ic} \text{ NMH2} = 0,0089(E/Hv)^{2/5} P/(a l^{1/2}) \quad (16)$$

para  $l/a \approx 0,25$  a  $\approx 2,5$

$$\text{Niihara: } K_{Ic} \text{ N} = 0,0122(E/Hv)^{2/5} P/(a l^{1/2}) \quad \text{para } 1 \leq l/a \leq 2,5 \quad (17)$$

$$\text{Shetty, Wright, Mincer e Clauer: } K_{Ic} \text{ SWMC} = 0,0319P/(a l^{1/2}) \quad (18)$$

$$\text{Laugier: } K_{Ic} \text{ L3} = 0,0143(E/Hv)^{2/3} (a/l)^{1/2} (P/c^{3/2}) \quad (19)$$

A figura 1 mostra uma representação esquemática de uma trinca tipo ra  
dial/mediana e uma trinca tipo Palmqvist<sup>(4)</sup>.

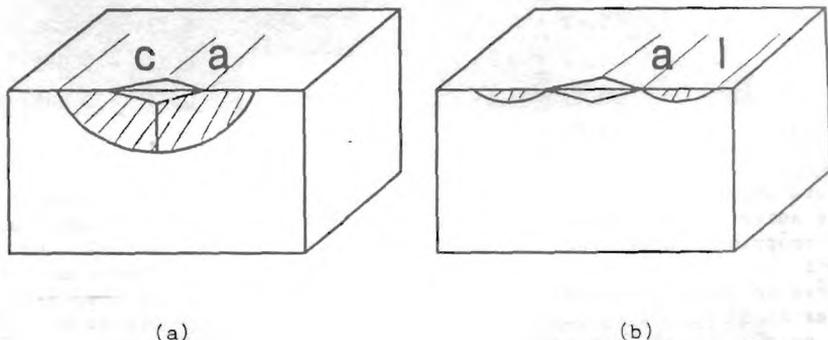


Figura 1 - Representação esquemática de uma trinca tipo radial/mediana (a) e uma trinca tipo Palmqvist (b).

II- Procedimento Experimental

Pós atomizados de zircônia com adições de 2 e 3 mol % de Ítria (Toyo Soda, Japão), denominados Z2Y e Z3Y respectivamente, foram utilizados para a obtenção de corpos densos de Y-TZP com diferentes microestruturas. A determinação do tamanho médio de partícula foi feita por microscopia eletrônica de transmissão obtendo-se os valores de 0,055  $\mu\text{m}$  para o pō Z2Y e de 0,045  $\mu\text{m}$  para o pō Z3Y. Observou-se, para os dois materiais, que as partículas têm formato arredondado e que a distribuição de tamanho é bastante estreita.

O processamento inclui prensagem uniaxial a 200 MPa e sinterizações ao ar, a 1400 e 1450°C por 1 hora e a 1500°C por 1, 3 e 5 horas em forno resistivo. A porcentagem de fase tetragonal foi determinada por difratometria de raios X<sup>(5)</sup>, obtendo-se valores maiores que 98,5% em volume para todas as amostras; e densidade das amostras sinterizadas medida pelo método hidrostático, fornece valores superiores a 98% da densidade teórica<sup>(6)</sup>.

Para a determinação do fator de forma e do tamanho médio de grão, as amostras foram cortadas nas seções longitudinal e transversal e polidas em pasta de diamante até 1  $\mu\text{m}$ , seguido de ataque térmico a temperaturas correspondentes a 100°C abaixo das temperaturas de sinterização, por um período de 30

minutos e recobrimento com ouro. As figuras 2 e 3 são micrografias eletrônicas de varredura das amostras Z3Y-1400/1 e Z2Y-1500/3 respectivamente, e representam microestruturas típicas de Y-TZP. A determinação do tamanho médio de grão e do fator de forma foi feita em um analisador granulométrico e os resultados encontram-se na tabela I.

TABELA I - RESULTADOS DE TAMANHO MÉDIO DE GRÃO E DE FATOR DE FORMA PARA DIVERSAS AMOSTRAS DE Y-TZP.

AMOSTRA	TAMANHO MÉDIO DE GRÃO ( $\mu\text{m}$ )	FATOR DE FORMA
Z2Y-1400/11	0,27 $\pm$ 0,07	0,766 $\pm$ 0,096
Z3Y-1400/11	0,25 $\pm$ 0,06	0,769 $\pm$ 0,088
Z2Y-1450/11	0,32 $\pm$ 0,09	0,756 $\pm$ 0,086
Z3Y-1450/11	0,31 $\pm$ 0,09	0,753 $\pm$ 0,088
Z2Y-1500/1t	0,38 $\pm$ 0,12	0,768 $\pm$ 0,085
Z3Y-1500/1t	0,38 $\pm$ 0,17	0,767 $\pm$ 0,098
Z2Y-1500/3t	0,42 $\pm$ 0,13	0,774 $\pm$ 0,082
Z3Y-1500/3t	0,42 $\pm$ 0,13	0,774 $\pm$ 0,078
Z2Y-1500/5t	0,57 $\pm$ 0,19	0,759 $\pm$ 0,080
Z3Y-1500/5t	0,56 $\pm$ 0,18	0,735 $\pm$ 0,087

Para impressão Vickers utilizou-se os métodos de corte e polimento já descritos anteriormente. Foram feitas em média 10 impressões utilizando um penetrador próprio para medição de dureza Vickers em cada amostra aplicando-se carga constante de 15,6 kgf (153 N) perpendicularmente à superfície de ensaio. As medições do comprimento das trincas produzidas, bem como das diagonais das impressões foram feitas em microscópio óptico utilizando uma ocular micrométrica e uma escala de referência. A figura 4 apresenta uma micrografia eletrônica de varredura na qual pode-se observar parte de uma impressão Vickers e uma trinca saindo do vértice.

Foi utilizado o programa SAS (Statistical Analysis System) para o cálculo da dureza Vickers e dos diversos valores de  $K_{IC}$  das várias amostras de Y-TZP, bem como para a análise estatística desses resultados. Não foi verificada diferença apreciável dos valores de dureza Vickers e de  $K_{IC}$  da seção transversal em relação aos da seção longitudinal de cada amostra, e portanto, para os cálculos utilizou-se a média de todas as medidas na mesma amostra. As amostras com 2 mol% de ítria apresentaram maior dispersão de resultados, e ocasionalmente o desvio padrão foi maior que 10%, fato não verificado em nenhuma amostra com 3 mol% de  $Y_2O_3$ . A média dos valores de dureza Vickers para as amostras com 2 mol% de ítria é de  $12,4 \pm 0,2 \text{ GN/m}^2$  e para as amostras Z3Y é de  $13,3 \pm 0,5 \text{ GN/m}^2$ . Os resultados de  $K_{IC}$  encontram-se na tabela II, na qual observa-se que para todos os modelos considerados, os valores de  $K_{IC}$  para as amostras Z2Y são de até 50% maiores que as amostras correspondentes de composição Z3Y. Isso se deve ao fato de as primeiras serem mais susceptíveis à transformação e são conseqüentemente mais tenazes.

Posteriormente utilizou-se o programa SASGRAPH para a obtenção de gráficos de  $K_{IC}$  em função de tratamento térmico empregado, sendo apresentados na figura 5, os resultados de  $K_{IC}$  para as amostras de Z2Y e Z3Y considerando-se as equações dos modelos de trincas tipo radial/mediana.

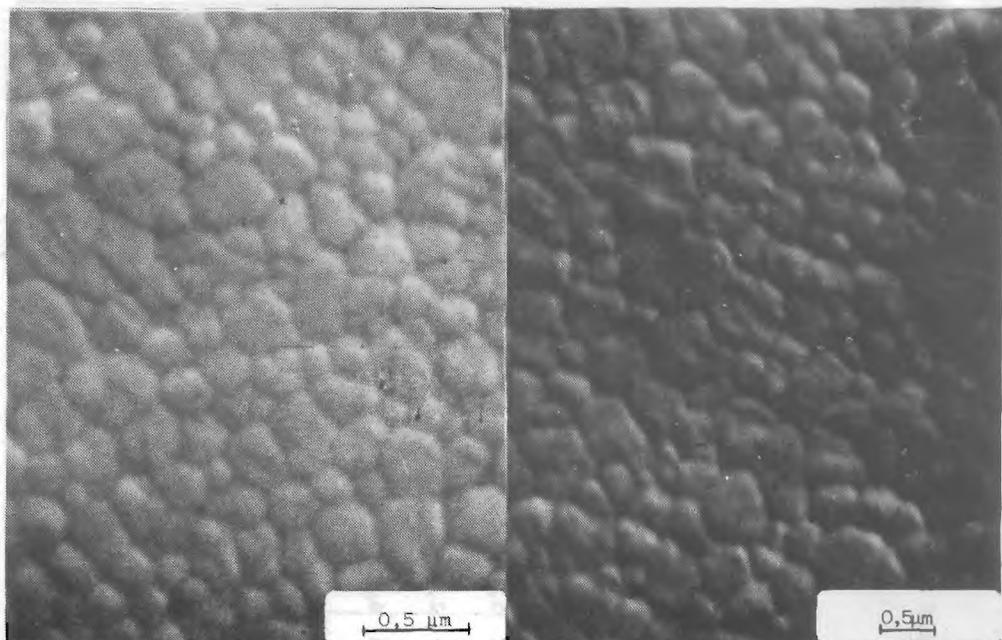


FIGURA 2: Micrografia eletrônica de varredura da amostra Z3Y-1400/1.

FIGURA 3: Micrografia eletrônica de varredura da amostra Z3Y-1500/3.

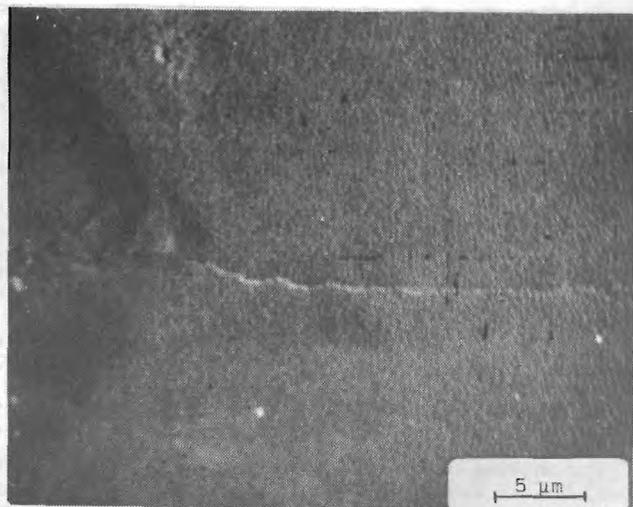


FIGURA 4: Micrografia eletrônica de varredura mostrando parte de uma impressão Vickers e uma trinca saindo do vértice.

TABELA II - RESULTADOS MÉDIOS DE  $K_{Ic}$  PARA AS DIVERSAS AMOSTRAS DE Y-TZP EM MN/m<sup>3/2</sup>.

AMOSTRA	TRINCAS TIPO RADIAL/MEDIANA															TRINCAS PALMQVIST			
	LS	LF	EW	EC	ED	B	LEM	ACLM	MMH1	JL	MM1	MM2	L1	L2	T	NMH2	N	SWMC	L3
Z2Y-1400/1	1,8	5,0	7,1	8,0	6,4	6,7	5,4	6,2	21,5	10,7	4,9	4,8	6,1	6,7	6,9	7,6	10,4	8,7	5,7
Z3Y-1400/1	1,5	2,8	4,2	4,4	4,9	5,1	2,9	3,3	11,2	5,6	3,7	2,8	3,2	3,6	3,8	5,0	6,8	6,0	1,8
Z2Y-1450/1	1,9	6,3	8,4	10,2	7,0	7,4	6,8	7,8	26,9	13,6	5,3	5,6	7,8	8,4	8,8	9,4	12,8	10,8	8,6
Z3Y-1450/1	1,6	3,2	4,8	5,2	5,3	5,4	3,3	3,8	12,8	6,4	3,9	3,1	3,7	4,1	4,3	5,4	7,4	6,6	2,4
Z2Y-1500/1	1,8	6,3	8,3	10,0	6,9	7,3	6,6	7,6	26,2	13,3	5,2	5,4	7,5	8,2	8,6	9,3	12,8	10,8	8,6
Z3Y-1500/1	1,5	2,7	4,2	4,6	5,0	5,1	2,9	3,4	11,6	5,7	3,9	2,9	3,3	3,7	3,8	5,0	6,9	6,0	1,8
Z2Y-1500/3	1,9	6,9	8,8	11,0	7,2	7,6	7,4	8,6	29,5	14,9	5,6	6,1	8,5	9,2	9,6	10,2	14,0	11,7	10,1
Z3Y-1500/3	1,5	3,2	4,8	5,1	5,3	5,4	3,3	3,8	13,1	6,5	4,1	3,3	3,7	4,1	4,3	5,4	7,4	6,4	2,3
Z2Y-1500/5	2,0	7,6	9,6	12,2	7,4	8,0	8,2	9,4	32,5	16,4	5,7	6,5	9,3	10,1	10,6	11,1	15,3	12,9	11,7
Z3Y-1500/5	1,5	3,1	4,9	5,1	5,4	5,5	3,3	3,9	13,3	6,5	4,2	3,4	3,8	4,1	4,3	5,3	7,3	6,2	2,2

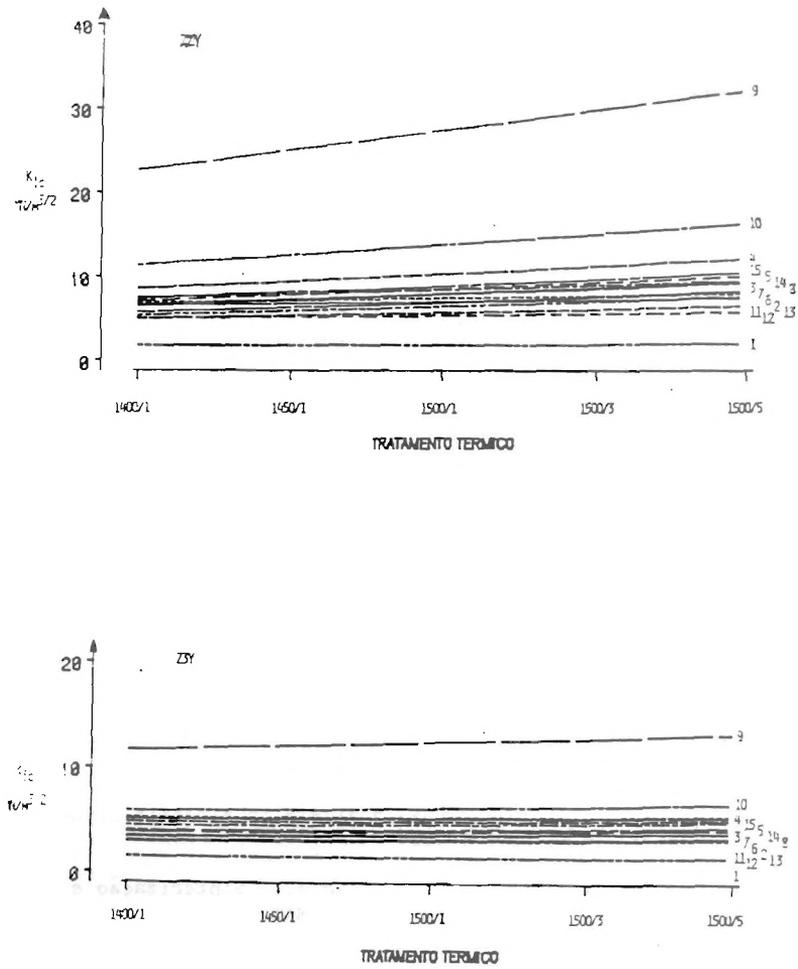


FIGURA 5: Gráficos de  $K_{Ic}$  em função do tratamento térmico para as amostras com 2 e 3 mol % de ítria para as equações de trinças radial/mediana.

### III- Conclusões

- 1) Em todas as condições estudadas foram obtidas densidades superiores a 98% da densidade teórica e porcentagem de fase tetragonal acima de 98,5% em volume para todas as amostras.
- 2) As amostras com 2 mol% de Ítria apresentam maior dispersão de resultados e em alguns casos o desvio padrão é maior que 10%, o que não ocorre para nenhuma amostra contendo 3 mol% de estabilizante.
- 3) Para as amostras contendo 2 mol% de estabilizante, a grande maioria dos métodos de cálculo de  $K_{IC}$  empregados mostra um crescimento do fator de intensidade de tensão crítica com o aumento do tempo e da temperatura de sinterização e consequentemente com o aumento do tamanho de grão. Este comportamento, entretanto, não é observado nas amostras com 3 mol% de ítria.
- 4) As amostras contendo 2 mol% de ítria apresentam elevação da tenacidade com o aumento do tamanho médio dos grãos, pois grãos maiores sofrem transformação para a estrutura monoclinica mais facilmente. Nas amostras com 3 mol% de ítria não se verifica aumento da tenacidade com os processamentos utilizados (mesmo a 1500°C por 5 horas), já que a quantidade de estabilizante não permite a transformação de fase tetragonal/monoclinica, para os tamanhos médios de grãos observados.

### IV - Referências

- 1) Ponton, C.B.; Rawlings, R.D.; "Vickers indentation fracture toughness test- Part 1 - Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations", Mat. Sci. and Tech., Sept 1989, vol.5, pp. 865-72.
- 2) Marion, R.H.; "Use of Indentation Fracture to Determine Fracture Toughness" ASTM - STP 678, S.W. Freiman, Ed, ASTM, 1979, pp.103-111.
- 3) Ponton, C.B.; Rawlings, R.D.; "Vickers indentation fracture toughness test- Part 2 - Application and critical evaluation of standardised indentation toughness equations"; Mat. Sci. and Tech., Oct 1989, vol.5, pp.961-976.
- 4) Liu, T.; "Herstellung, Degradation und Ermüdung von umwandlungsverstärkten Y-TZP(A) und Ce-TZP Werkstoffen, KfK 4769, Juli 1990.
- 5) Garvie, R.C.; Nicholson, P.S.; "Phase analysis in zirconia systems", J.Am. Ceram. Soc., 55, 6, 1972, pp.303-305.
- 6) Basani, H.; Bressiani, J.C.; Bressiani, A.H.A.; "Sinterização e evolução da microestrutura de Y-TZP" - Anais do 9º CBECIMAT, Águas de São Pedro, SP, Dez 1990, pp.88-91.

### V - Agradecimentos

Os autores agradecem à Srta. Maria do Carmo Costa Falcão pelo auxílio na elaboração dos programas computacionais, a FINEP e CAPES pelo apoio financeiro e à Sra. Aldenice Alves Batista Teixeira pela datilografia do texto.