

MEDIDAS DE TENACIDADE À FRATURA E RESISTÊNCIA À FLEXÃO DE Y-TZP

H. Basani¹, J. C. Bressiani² e Ana H. A. Bressiani²

1- Coordenadoria para Projetos Especiais - COPESP

2- Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN/CNEN-SP

Resumo

Zircônia tetragonal policristalina (Y-TZP), com alta densidade e microestrutura homogênea foi processada sob diferentes condições e caracterizada mecanicamente por meio de medidas de tenacidade à fratura e resistência à flexão. A tenacidade à fratura foi avaliada pelos métodos de impressão Vickers e da barra entalhada. A partir da determinação do tipo de trinca formada no método de impressão Vickers, diversos modelos de cálculo propostos na literatura foram empregados e os resultados comparados com as medidas de tenacidade obtidas pelo método da barra entalhada.

A resistência mecânica foi determinada por flexão em quatro pontos e a variação da porcentagem de fase tetragonal foi feita por difratometria de raios X nas amostras sinterizadas, polidas, retificadas e após a fratura.

FRACTURE TOUGHNESS AND FLEXURAL STRENGTH MEASUREMENTS OF Y-TZP

Abstract

Tetragonal zirconia polycrystals samples with high density and homogeneous microstructure were processed by different sintering routes and mechanically tested by means of fracture toughness and bending strength measurements. Toughness determination was made by Vickers indentation and notched beam methods. According to the type of crack formed under the indentation, several equations were used to determine K_{1c} and the results were compared with those obtained in the notched beam test.

Bending strength was determined in four points and the variation in the amount of tetragonal phase was made by X-ray diffractometry on the sintered, polished, rectified and fractured surfaces of the samples.

I - Introdução

Zircônia tetragonal policristalina estabilizada com itria (Y-TZP) é um material de grande aplicação para fins estruturais devido à elevada tenacidade e à alta resistência mecânica. A determinação da tenacidade à fratura (K_{Ic}) de corpos de prova de Y-TZP pode ser realizada por diversos métodos, sendo que neste trabalho foram empregados os métodos de impressão Vickers e o da barra entalhada.

Para o cálculo do K_{Ic} por impressão Vickers foram utilizados os seguintes modelos propostos na literatura:

1) Equação de Niihara, Morena e Hasselman - 1982 /1/.

$$K_{Ic-NMH2} = 0,0089 \cdot \left[\frac{E}{H_v} \right]^{2/5} \cdot \left[\frac{P}{a \cdot l^{1/2}} \right] \quad (1)$$

2) Equação de Niihara - 1983 /1/.

$$K_{Ic-N} = 0,0122 \cdot \left[\frac{E}{H_v} \right]^{2/5} \cdot \left[\frac{P}{a \cdot l^{1/2}} \right] \quad (2)$$

para $1 \leq l/a \leq 2,5$

3) Equação de Shetty, Wright, Mincer e Clauer - 1985 /1/.

$$K_{Ic-SWMC} = 0,0319 \cdot \left[\frac{P}{a \cdot l^{1/2}} \right] \quad (3)$$

4) Equação de Laugier - 1987 /1/.

$$K_{Ic-L3} = 0,0143 \cdot \left[\frac{E}{H_v} \right]^{2/3} \cdot \left[\frac{a}{l} \right]^{1/2} \cdot \left[\frac{P}{c^{3/2}} \right] \quad (4)$$

Os valores de K_{Ic} pelo método da barra entalhada foram calculados pela equação abaixo /2/

$$K_{Ic} = \frac{3 \cdot P_{\max} \cdot (s - \xi) \cdot a^{1/2}}{2 \cdot b \cdot w^2} \cdot Y \quad (5)$$

onde:

$$Y = 1,99 - 2,47 \frac{a}{w} + 12,97 \left[\frac{a}{w} \right]^2 - 23,17 \left[\frac{a}{w} \right]^3 + 28,8 \left[\frac{a}{w} \right]^4$$

sendo:

P max carga máxima aplicada em MPa,

b largura do corpo de prova em m,

w espessura do corpo de prova em m,

a profundidade do entalhe no corpo de prova em m,

a/w = relação profundidade do entalhe por espessura da barra,

$0,15 \leq a/w \leq 0,60$,

s distância entre apoios inferiores em m,

ξ distância entre apoios superiores em m,

As medidas de resistência mecânica à flexão foram feitas sob quatro pontos e para o cálculo do módulo de ruptura à flexão foi empregada a seguinte equação /3/:

$$MRF = \frac{3.P_{max} \cdot (s - g)}{2 \cdot b \cdot w^2} \quad (6)$$

sendo:

P_{max} a carga máxima aplicada em MPa,
 s a distância entre os apoios inferiores em m,
 g a distância entre os apoios superiores em m,
 b a largura do corpo de prova em m,
 w a espessura do corpo de prova em m.

II - Resultados e discussão

Neste trabalho foram empregados pós atomizados de zircônia estabilizada com 2 e 3 mol% de itria provenientes da Toyo Soda Co.

1- Determinação do fator de intensidade de tensão crítica - K_{Ic} .

Os pós de zircônia foram compactados uniaxialmente a 200 MPa na forma de cilindros e posteriormente sinterizados a 1400 e 1450°C por 1 hora e a 1500°C por 1, 3 e 5 horas para obtenção de corpos de prova para o ensaio por impressão Vickers. As amostras foram identificadas pelo tipo de pó utilizado (Z2Y e Z3Y), pela temperatura de sinterização (1400, 1450 e 1500°C) e pelo tempo de permanência na máxima temperatura de sinterização (1, 3 e 5 horas). As amostras para determinação do K_{Ic} por impressão Vickers foram polidas em pasta de diamante até granulometria 1 μm , a fim de se obter superfícies de medida planas e isentas de riscos. As impressões foram feitas com carga constante de 153N em máquina de dureza Vickers, trabalhando-se na região de valores de K_{Ic} independente da carga aplicada. A medição do comprimento das trincas e das diagonais das impressões Vickers foi realizada por microscopia óptica empregando uma ocular micrométrica e uma escala de referência.

Para averiguação do tipo de trinca que ocorre no Y-TZP foi realizado polimento das amostras após ensaio de impressão Vickers. As trincas são do tipo Palmqvist, como pode ser observado na Figura 1, que apresenta impressão Vickers antes (a) e após polimento (b).

Os resultados do cálculo do fator de intensidade de tensão crítica pelo método de impressão Vickers considerando a ocorrência de trincas tipo Palmqvist são apresentados na Tabela I.

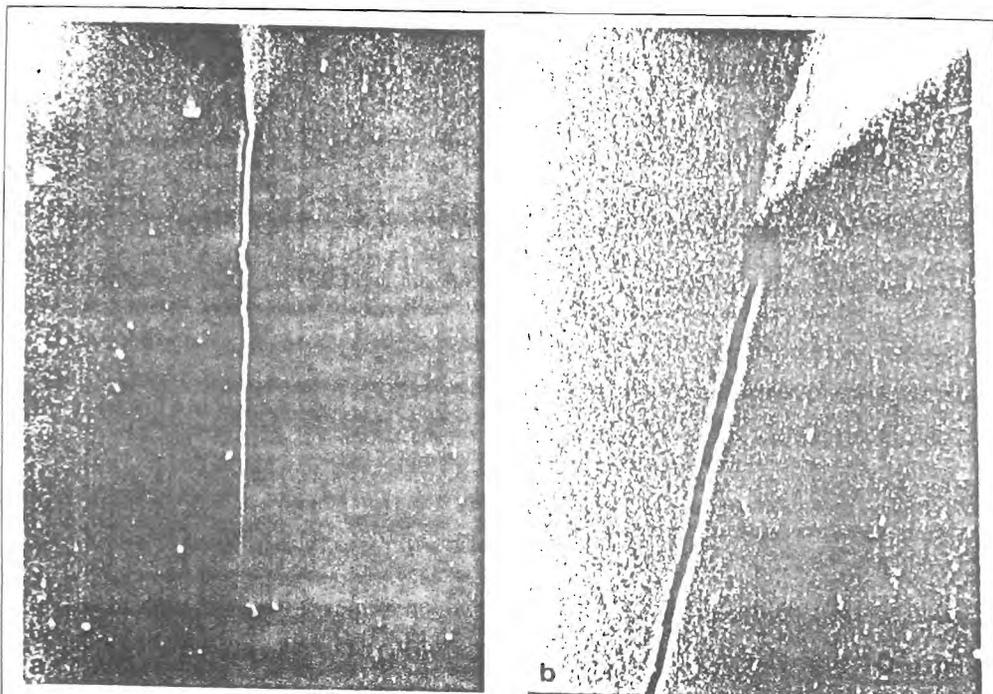


Figura 1 - Micrografia eletrônica de varredura de impressão Vickers antes (a) e após polimento (b) em amostra de Y-TZP.

Tabela I - Resultados de determinação do fator de intensidade de tensão crítica em $\text{MN/m}^{3/2}$ para os modelos que consideram a ocorrência de trincas Palmqvist.

Fator de Intensidade de Tensão Crítica ($\text{MN/m}^{3/2}$)

| AMOSTRA | NMII2 | N | SWMC | L3 |
|------------|------------|------------|------------|-------------|
| Z2Y-1400/1 | 7,6 ± 2,0 | 10,4 ± 2,6 | 8,8 ± 2,2 | 12,2 ± 7,1 |
| Z3Y-1400/1 | 5,0 ± 0,2 | 6,9 ± 0,3 | 6,0 ± 0,4 | 3,7 ± 0,5 |
| Z2Y-1450/1 | 9,3 ± 2,6 | 12,9 ± 3,6 | 10,8 ± 3,0 | 18,4 ± 9,8 |
| Z3Y-1450/1 | 5,4 ± 0,9 | 7,5 ± 1,3 | 6,6 ± 1,5 | 4,8 ± 2,6 |
| Z2Y-1500/1 | 9,4 ± 3,2 | 12,8 ± 4,3 | 11,0 ± 4,0 | 18,1 ± 10,9 |
| Z3Y-1500/1 | 5,1 ± 0,3 | 7,0 ± 0,4 | 6,0 ± 0,4 | 3,9 ± 0,6 |
| Z2Y-1500/3 | 10,2 ± 2,3 | 14,0 ± 3,1 | 11,8 ± 2,7 | 21,6 ± 8,9 |
| Z3Y-1500/3 | 5,4 ± 0,8 | 7,4 ± 1,1 | 6,4 ± 1,1 | 4,9 ± 2,4 |
| Z2Y-1500/5 | 11,2 ± 2,0 | 15,3 ± 2,7 | 12,9 ± 2,8 | 25,1 ± 6,9 |
| Z3Y-1500/5 | 5,4 ± 0,3 | 7,4 ± 0,4 | 6,3 ± 0,4 | 4,9 ± 0,7 |

Não se verifica variação significativa do K_{Ic} para as amostras com 3 mol% de itria em função das diferentes condições de sinterização utilizadas neste estudo, pois a alta quantidade de estabilizante não permite facilmente a transformação tetragonal + monoclinica. Já as amostras com 2 mol% de itria apresentaram variação sensível do fator de intensidade de tensão crítica para as amostras obtidas nas condições desse estudo, além disso mostraram maior dispersão de resultados de K_{Ic} do que as amostras com 3 mol de itria, sendo que em alguns casos foi maior de 10%.

As amostras para o ensaio de tenacidade fa fratura pelo método da barra entalhada foram compactadas uniaxialmente a 40 MPa e isostaticamente a 200 MPa, a sinterização foi feita a 1500°C por 1 hora em forno resistivo. Rebolo de diamante de granulometria de 45 μm foi utilizado para a retifica das barras, e disco diamantado de 150 μm de espessura para a confecção de dois entalhes em cada corpo de prova. O ensaio foi feito em 4 apoios em máquina de tração universal a uma velocidade de aplicação de carga de 0,5 mm/min ao ar e à temperatura ambiente. Os resultados do fator de intensidade de tensão crítica pelo método da barra entalhada são calculados pela equação /5/ e estão mostrados na tabela II.

Tabela II. - Resultados de fator de intensidade de tensão crítica K_{Ic} em $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$ para as amostras Z2Y-1500/1 e Z3Y-1500/1 com os respectivos desvios padrões.

| AMOSTRA | K_{Ic} ($\text{MN}/\text{m}^{3/2}$) |
|------------|---|
| Z2Y-1500/1 | Valor Médio 13,18 |
| | Desvio Padrão 0,88 |
| Z3Y-1500/1 | Valor Médio 8,22 |
| | Desvio Padrão 1,12 |

Por difratometria de raios X foi determinada a porcentagem de fase tetragonal obtendo-se sempre valores maiores que 98,8% em volume e a densidade pelo método hidrostático das amostras sinterizadas apresentando valores maiores de 97%. Análise microestrutural foi feita para determinação do tamanho médio de grão (Tabela IV), da distribuição de tamanhos e do fator de forma de todas as amostras/4/.

Comparando-se os resultados de K_{Ic} obtidos pelo método de impressão Vickers ($K_{Ic}\text{-Vic}$) considerando trincas Palmqvist para as amostras sinterizadas a 1500°C por 1 hora com os resultados obtidos pelo ensaio da barra entalhada ($K_{Ic}\text{-4P}$) verifica-se que o modelo N, proposto por Mihara, é o que mais se aproxima dos valores encontrados pelo segundo método de ensaio. A tabela III apresenta os resultados comparativos do cálculo do K_{Ic} para esses dois métodos ($K_{Ic}\text{-Vic}/K_{Ic}\text{-4P}$).

Tabela III- Resultados comparativos de K_{Ic} pelo método da barra entalhada e os obtidos pelo método de impressão Vickers utilizando modelos de trincas Palmqvist.

| MODELO | Z2Y-1500/1 | | Z3Y-1500/1 | |
|--------|------------|------------------|------------|------------------|
| | K_{Ic} | Vic/ K_{Ic} 4p | K_{Ic} | Vic/ K_{Ic} 4p |
| NMH2 | | 0,75 | | 0,63 |
| N | | 1,02 | | 0,89 |
| SWMC | | 0,87 | | 0,74 |
| L3 | | 1,44 | | 0,48 |

2- Determinação da resistência mecânica à flexão.

As amostras para determinação do módulo de ruptura à flexão foram compactadas segundo o mesmo procedimento empregado para o ensaio de tenacidade à fratura e sinterizações a 1400°C por 1 hora e a 1500°C por 1 e 5 horas. Após retifica e arredondamento das arestas, as barras foram ensaiadas em 4 apoios ao ar e à temperatura ambiente com velocidade de aplicação de carga de 0,5 mm/min. A figura 2 é um gráfico do módulo de ruptura à flexão em função do tamanho de grão das amostras de Y-TZP.

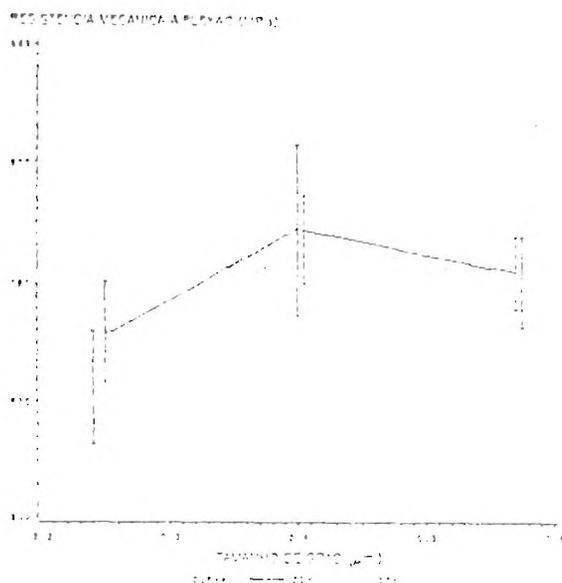


Figura 2 - Resistência mecânica à flexão em função do tamanho médio de grão para amostras de Y-TZP.

Pode-se observar que os resultados de resistência mecânica à flexão apresentaram crescimento até o tamanho médio de grão de $0,40 \mu\text{m}$ (condição de sinterização de 1500°C por 1 hora), ou seja para tamanhos de grão acima desse valor há decréscimo do módulo de ruptura à flexão independentemente da composição da amostra.

3- Variação da quantidade de fase tetragonal.

Durante todo o processamento das amostras de Y-TZP foi feito um estudo de avaliação da variação da quantidade de fase tetragonal na superfície das amostras por meio de difratometria de raios X, analisando-se a rala (111) da estrutura tetragonal e as ralas (111) e (111) da estrutura monoclinica. A porcentagem de fase tetragonal foi determinada na superfície das amostras no estado sinterizado, após processo de polimento em pasta diamantada de $15 \mu\text{m}$, após retífica e nas superfícies fraturadas após ensaio de resistência à flexão, sendo que esses resultados se encontram na tabela IV.

Tabela IV- Resultados de tamanho médio de grão (TMG) e de difratometria de raios X para a determinação da porcentagem de fase tetragonal nas superfícies sinterizada, polida, retificada e fraturada das amostras de Y-TZP.

| AMOSTRA | TMG (μm) | %T SINTERIZ | %T POL | %T RETIF | %T FRATUR |
|------------|--------------------------|-----------------|-----------|----------------|----------------|
| Z2Y-1400/1 | 0,25 | $92,4 \pm 1,3$ | 100 | $84,5 \pm 0,6$ | $67,3 \pm 2,4$ |
| Z3Y-1400/1 | 0,24 | $96,6 \pm 1,6$ | 100 | $94,8 \pm 1,0$ | $85,0 \pm 5,8$ |
| Z2Y-1500/1 | 0,40 | $85,7 \pm 2,6$ | 100 | $81,9 \pm 2,3$ | $55,7 \pm 4,0$ |
| Z3Y-1500/1 | 0,40 | $95,7 \pm 1,7$ | 100 | $95,2 \pm 1,1$ | $86,7 \pm 7,1$ |
| Z2Y-1500/5 | 0,57 | $49,0 \pm 11,7$ | 100 | $78,5 \pm 1,5$ | $47,2 \pm 5,4$ |
| Z3Y-1500/5 | 0,57 | $91,1 \pm 1,4$ | 100 | $89,7 \pm 0,9$ | $68,1 \pm 4,6$ |

A quantidade de fase tetragonal nas superfícies das barras sinterizadas mostrou-se pequena para as amostras com 2 mol% de estabilizante, principalmente para a que possui tamanho de grão (1500°C por 5 horas). Para amostras com 3 mol% de ítria este comportamento não é tão acentuado. Após o polimento cuidadoso das superfícies das amostras foi determinado como sendo 100% a porcentagem de fase tetragonal para os corpos de prova nas várias condições de sinterização. A etapa de retifica provoca a transformação tetragonal \rightarrow monoclinica em todas as amostras estudadas, sendo mais drástica para as amostras sinterizadas a 1500°C por 5 horas independentemente da composição. As superfícies fraturadas após o ensaio de ruptura à

flexão apresentaram um decréscimo na porcentagem de fase tetragonal nas amostras com 2 mol% de ítria. Esta quantidade de fase tetragonal transformada indica alto K_{Ic} pela maior susceptibilidade à transformação de fase, o que não é tão acentuado para as amostras com 3 mol% de estabilizante.

III - Conclusões.

1 - As amostras com 2 mol% de estabilizante apresentaram crescimento do valor de K_{Ic} com o aumento do tamanho médio de grão, além de uma maior dispersão de resultados, sendo em alguns casos maior de 10%. Nas amostras com 3 mol % de ítria não se verifica aumento muito pronunciado da tenacidade pelo método de impressão Vickers para os tamanhos médios de grão observados.

2 - O acompanhamento da variação da porcentagem de fase tetragonal nas superfícies das amostras sinterizadas, polidas, retificadas e fraturadas mostra que as amostras com 2 mol% de ítria são mais susceptíveis à transformação de fase e conseqüentemente apresentam maior K_{Ic} .

3 - No estudo comparativo entre os métodos de medida do K_{Ic} verifica-se que o modelo proposto por Nihara é o que mais se aproxima dos resultados da barra entalhada para amostras de ambas composições na condição de sinterização de 1500°C por 1 hora.

4 - Os resultados de resistência mecânica à flexão mostram um crescimento desses valores até um tamanho de grão de 0,40 μm , isto é, para as amostras sinterizadas a 1500°C por 1 hora, independentemente da composição. Para tamanhos de grão maiores observa-se um decréscimo nos valores de resistência mecânica à flexão.

AGRADECIMENTOS : A Finep pelo financiamento de parte deste trabalho.

IV - Referências bibliográficas

- 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, Vol 5; Sept.1989.
- 2/ Simpson L A ; *Use of the notched-beam test for evaluation of fracture energies of ceramics*; J. Am. Ceram. Soc.; Vol 57, N° 4; April 1974.
- 3/ Richerson D W; in *Modern Ceramic Engineering: Properties, Processing and Use in Design*; Marcel Dekker (1982).
- 4/ Basani H, Bressiani J.C, Bressiani A.H.A.; *Análise microestrutural e propriedades mecânicas de Y-TZP*; Anais do XXXV Congresso Brasileiro de Cerâmica e III Iberoamericano de Cerâmica, Vidro e Refratários; Belo Horizonte; 1991.