

## AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO COMPÓSITO BIFÁSICO Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG

L. M. Itaboray <sup>(1)</sup>; A. P. O. Santos <sup>(1)</sup>; E. S. Lima <sup>(2)</sup>; C. Santos <sup>(1, 3)</sup>; R. F. Cabral <sup>(1)</sup>

<sup>(1)</sup> Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, 1325 - Três Poços, Volta Redonda - RJ; <sup>(2)</sup> Instituto Militar de Engenharia - IME, Praça General Tibúrcio, 80, Praia Vermelha - Urca, RJ; <sup>(3)</sup> Faculdade de Tecnologia Campus Regional de Resende - UERJ, Rodovia Presidente Dutra km 298, Pólo Industrial - Resende – RJ.

lucas.itaboray@gmail.com

### RESUMO

*Ultimamente o óxido cerâmico YAG tem sido amplamente empregado como fase de reforço ao Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a fim de se obter um compósito com boas propriedades mecânicas e morfológicas. Estes fatores são possíveis porque os óxidos Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e YAG 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. E promove incentivo a produção do compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG. Desta forma, nesta pesquisa foi realizada moagem em um moinho planetário de bolas em dois compostos, em peso percentual, um com 63,65 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 36,35 de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e outro com 80,00 de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 20,00 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, por 2 h. Após a moagem os pós foram secos em estufa por 48 h, à 120 °C. Depois foram cominuídos por gral e pistilo de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. E após teve início o processo de peneiramento utilizando uma peneira de 100 mesh. As composições foram compactadas em uma prensa à 70 MPa, por 30 s. As duas misturas foram sinterizadas a 1500 e 1600 °C, por 3h. As amostras foram avaliadas por dureza por microindentação Vickers, Tenacidade à Fratura pelo método da indentação (K<sub>IC</sub>) e Microscopia Eletrônica de Varreduta (MEV). Foi verificada que a composição eutética sinterizada à 1600 °C, apresentou a maior dureza, dentre as demais, de 10 GPa.*

**Palavras-chaves:** dureza, K<sub>IC</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG, morfologia

## INTRODUÇÃO

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 <sup>(1)</sup>. Na década de 90, diversos pesquisadores <sup>(2, 3)</sup> mostraram o YAG como sendo o óxido de maior resistência à fluência em elevadas temperaturas. Esta propriedade permite o seu emprego na formação de compósitos cerâmico óxidos, como matriz ou reforço. 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  $\text{O}_2$  <sup>(2, 3)</sup>. Isto torna o compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG bastante atrativo. Vários estudos indicaram propriedades mecânicas superiores deste material em temperaturas acima de 1500 °C <sup>(2, 3, 4, 5)</sup>.

Na investigação de Yasuda (2001, p. 67-71) <sup>(6)</sup>, a FIG. 1 ilustra as fases  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ , onde à 1826 °C ocorre a reação de equilíbrio eutético do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG, com 18% em mols de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Por outro lado, a reação eutética metaestável, representada em linhas pontilhadas, o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAP, ocorre em 1702 °C, com 23% em mols de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ . Essa pesquisa está coerente com a de Caslavsky (1980, p. 1709-1718) <sup>(7)</sup>, que também encontrou os pontos de equilíbrio eutéticos nas mesmas temperaturas.

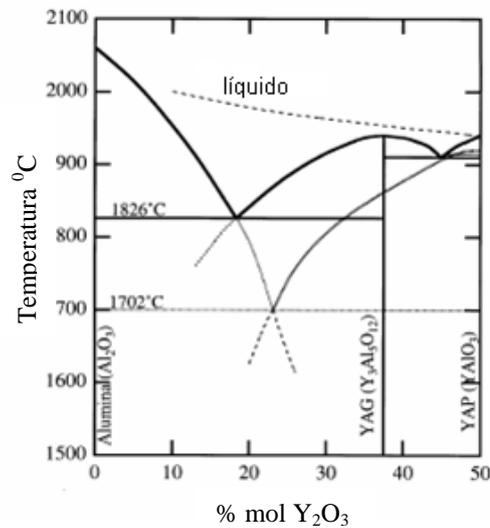


FIG. 1 Porção rica em  $\text{Al}_2\text{O}_3$  do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$  <sup>(6)</sup>

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

## MATERIAIS E MÉTODOS

# Mapsoft MediaSizer Tryout

### Processamento cerâmico

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 (FIG. 1), 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.

Estas misturas foram moídas em moinho planetário de bolas, do IME, por 2h <sup>(8, 9)</sup>. Esse processo foi realizado duas vezes, com medidas assimilares dos compostos utilizados. Ao iniciar o primeiro processo foi necessária 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  $Al_2O_3$ . 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 ( $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$ ) utilizando 40 g e 10 g, respectivamente, os procedimentos foram os mesmos.

Depois teve início o processo de peneiramento no peneirador, do UniFOA, utilizando 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, à 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.

#### Preparação ceramográfica

Após o processamento inicial teve início a etapa de preparação ceramográfica. Inicialmente os corpos de prova foram cortados, um de cada condição de sinterização, em um tamanho aproximado de 5mm x 2mm em uma máquina de corte da marca Buehler, modelo Isomet 1000. Neste aparelho foi utilizado um disco de corte diamantado e o corte foi realizado a 200rpm. Após, deu-se início ao embutimento das amostras, por meio do uso de uma embutidora da marca Arotec e modelo PRE 30Mi, regulada em uma pressão entre 100 e 150 Kgf/cm<sup>2</sup> e temperatura de aquecimento de 165°C e de resfriamento de 50°C. Depois realizado o lixamento em uma politriz da marca Buehler e modelo Automet 250, regulada a força de 120N. Primeiramente os corpos de prova foram lixados a uma rotação de 300 rpm por lixas diamantadas de 45 e 15 granas, respectivamente. Em seguida foram feitos polimentos com pastas de diamante de 9, 6, 3 e 1 micron, respectivamente, cada uma sendo utilizada por 4h com

pausa a cada 1h para repor a pasta e com auxílio de líquido lubrificante depositado a cada 3 minutos.

### Ensaio de dureza

O ensaio de dureza foi realizado em um aparelho medidor de microdureza vickers. O equipamento utilizado foi um microdurômetro modelo DHV 1000 da marca Time. O tempo de carregamento foi de 15s com uma força de 1kg-força utilizando uma ponta diamantada com formato de uma pirâmide de base quadrada, com 136º entre as faces.

### Ensaio de tenacidade à fratura ( $K_{IC}$ )

Para o cálculo de  $K_{IC}$  foram utilizadas as medidas das trincas radiais geradas mediante as indentações Vickers no ensaio de dureza por microindentação. As medidas das trincas foram realizadas logo após as indentações para evitar a sua propagação. Para efeito de cálculo, as trincas radiais foram medidas por toda sua extensão (2c) e depois foram calculadas as suas médias (c).

### MEV

Nesta 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 embutidas em baquelite, por elétrons secundários. Para que a análise obtivesse melhor resultado foi feita a deposição de ouro, em um depositador de ouro da marca emitech e modelo k550x, da UFF unidade Villa. Em cada amostra foi utilizado um fio de cobre no momento da análise, para melhorar a condutividade no momento da análise.

## RESULTADOS E DISCUSSÕES

### Dureza e tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ )

As FIG. 2 (a) e (b) ilustram os resultados de dureza e tenacidade à fratura, respectivamente, das amostras sinterizadas à 1500 °C e 1600 °C com 20 e 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , sob 1000 g (10 N). Na FIG. 2 (a) é possível verificar um aumento substancial do valor da dureza em função do aumento de temperatura e percentuais de  $Y_2O_3$ . Isto é, o maior valor de dureza, foi para a amostra sinterizada á 1600 °C, na composição eutética (LI, 1999, p. 1073-1080, PARTHASARATHY, 2004, p. 380-390).

Na FIG. 2 (b) é possível ver que os resultados de tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ ) apresentaram valores próximos, levando em consideração os seus desvios padrão, ficaram na faixa de 2,5 a 3,9  $MPa.m^{1/2}$ . Essa pequena dispersão mostra que o acabamento superficial foi satisfatório, com o emprego de lixas diamantadas ao invés do uso de lixas de SiC. Por outro lado, a composição com maior temperatura de sinterização e percentual de  $Y_2O_3$ , apresentou maior valor de tenacidade a fratura, isto corrobora os resultados já apresentados na FIG. 2 (a).

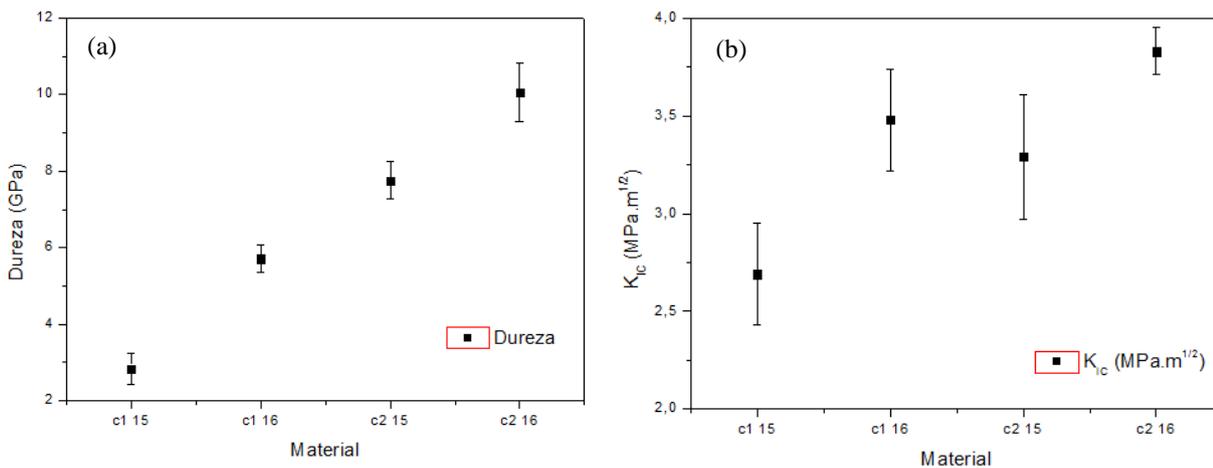


FIG. 2 (a) Amostras sinterizadas à 1500 °C e 1600 °C com 20 e 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , sob 1000 g (10 N): (a) Valores de dureza e (b) Valores de tenacidade à fratura ( $K_{Ic}$ )

## MEV

As FIG. 3 a 6 (a) e (b) mostram as imagens de MEV, das amostras sinterizadas à 1500 °C e 1600 °C com 20 e 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ . Nas FIG. 3 (a) e (b), foram verificados muito arrancamentos 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 e  $K_{IC}$ , vistos nas FIG. 2 (a) e (b), respectivamente.

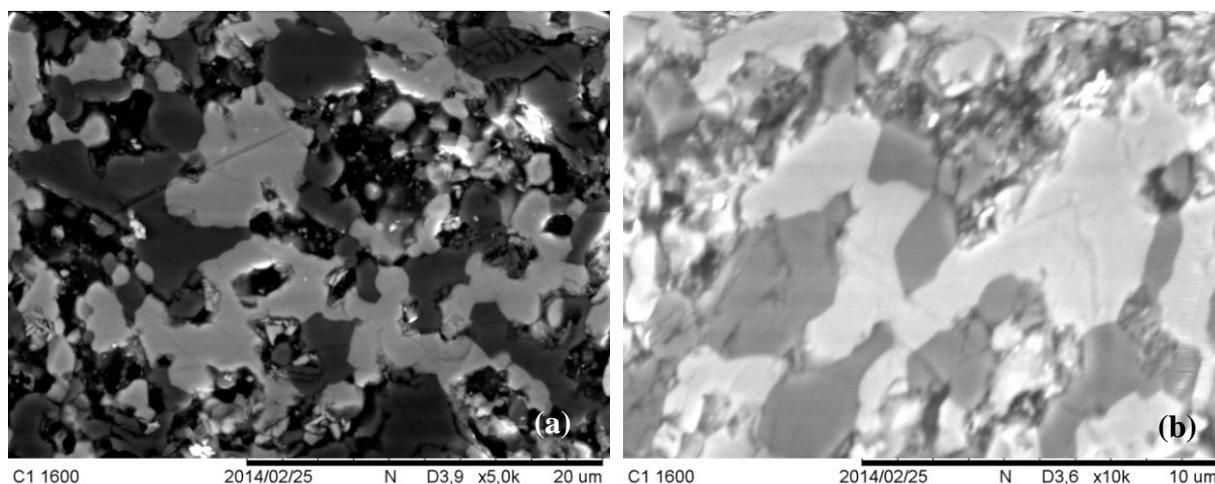


FIG. 3 Amostras sinterizadas à 1500 °C com 20% em peso de  $Y_2O_3$ , sob aumentos de: (a) 5000 e (b) 10000

Nas FIG. 4 (a) e (b) foi verificado menos vazios, em comparação às composições das FIG. 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 e  $K_{IC}$ , das FIG. 2 (a) e (b), respectivamente. Em que os seus resultados foram superiores em comparação as FIG.3 (a) e (b).

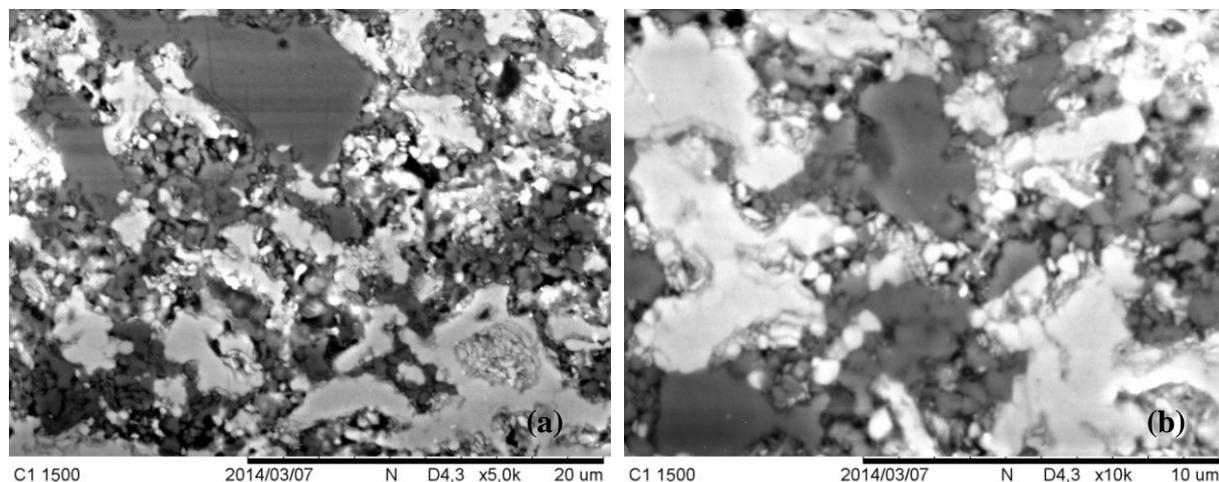


FIG. 4 Amostras sinterizadas à 1600 °C, com 20% em peso de  $Y_2O_3$ , sob aumentos de: (a) 5000 e (b) 10000

Nessas composições (FIG. 5 (a) e (b)) também foram verificadas arrancamentos provenientes das etapas de preparação ceramográfica, lixamento e polimento. Porém, as amostras apresentaram-se mais densas, o que pode ser confirmado pelos seus resultados de dureza e tenacidade à fratura das FIG. 2 (a) e (b).

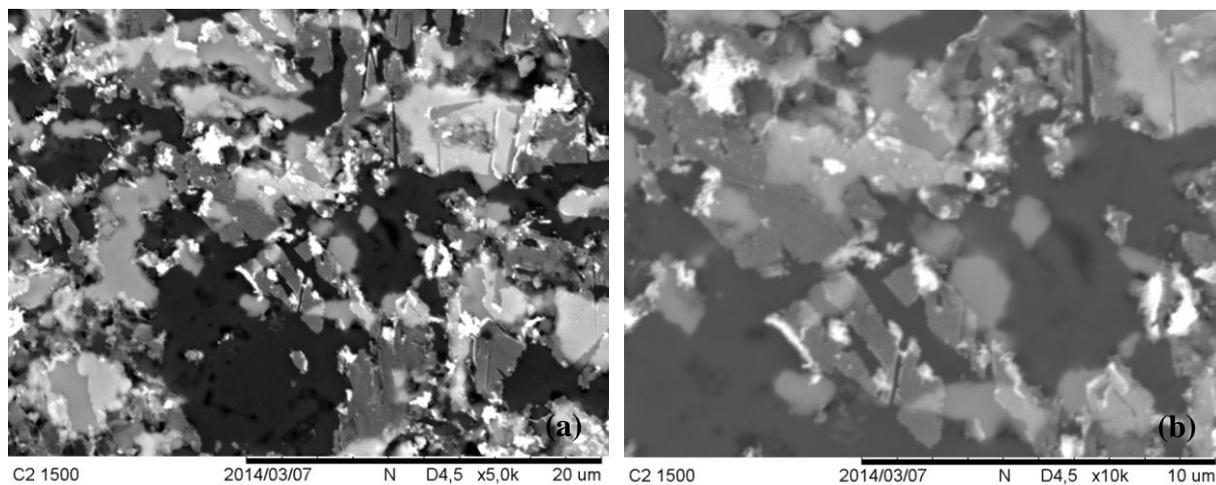


FIG. 5 Amostras sinterizadas à 1500 °C com 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , sob aumentos de: (a) 5000 e (b) 10000

Nas imagens das FIG. 6 (a) e (b) foram verificadas excelente densificação, com poucos vazios e arrancamentos dos grãos de  $Al_2O_3$  e YAG. Esse fato deve-se

principalmente a maior temperatura de sinterização, 1600 °C e por ser uma composição eutética, onde o maior percentual de  $Y_2O_3$  promoverá maior formação de YAG. Essa densificação mais intensa em relação às outras condições é reforçada com os melhores resultados de dureza e tenacidade a fratura, mostrados nas FIG. 2 (a) e (b).

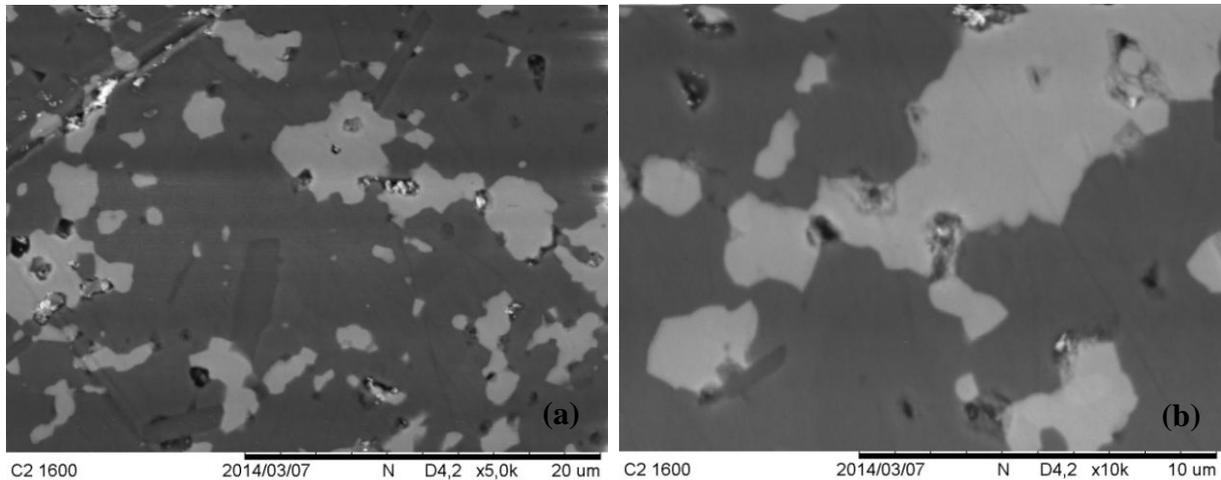


FIG. 6 Amostras sinterizadas à 1600 °C com 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , sob aumentos de: (a) 5000 e (b) 10000

## CONCLUSÕES

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

Os resultados de tenacidade à fratura mostraram pouca dispersão entre as diferentes condições.

Nas composições sinterizadas a 1500 °C houve muito arrancamento oriundos da preparação ceramográfica.

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

## AGRADECIMENTOS

A FOA pelo apoio e desenvolvimento do projeto.

A USP/Lorena pelos ensaios de tenacidade à fratura.

Ao IME pela moagem dos pós.

A FAPERJ, pelo apoio financeiro dado ao autor Claudinei dos Santos.

A UFF, unidade da Villa, pelas deposições de ouro nas amostras para análise de MEV.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) MIZUTANI, Y., MAEDA, N., OHNAKA, I., WAKU Y., YASUDA, H., **Coupled Growth of Unidirectionally Solidified  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG Eutectic Ceramics**, Journal of Crystal Growth, v. 244, p. 384-392, 2002.
- (2) LI, W. Q., GAO, L., **Processing, Microstructure and Mechanical Properties of 25 vol% YAG- $\text{Al}_2\text{O}_3$  Nanocomposites**, NanoStructured Materials, v. 11, n. 8, p. 1073-80, 1999.
- (3) PARTHASARATHY, T. A., MAH, T., MATSON, L.E., **Processing, Structure and Properties of Alumina-YAG Eutectic Composites**, Journal of Ceramic Processing Research, v. 5, n. 4, p. 380-90, 2004.
- (4) WAKU, Y., NAKAGAWA, N., WAKAMOTO, T., OTSUBO, H., SHIMIZU, K., KOHTOKU, Y., **High Temperature Strength and Thermal Stability of Unidirectionally Solidified  $\text{Al}_2\text{O}_3$ /YAG Eutectic Composite**, Journal of Materials Science, v. 33, p. 1217-25, 1998.
- (5) WANG, H., GAO, L., **Preparation and Microstructure of Polycrystalline  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG Composites**, Ceramics International, v. 27, p. 721-3, 2001.
- (6) YASUDA, H., OHNAKA, I., MIZUTANI, Y. and WAKU, Y., **Selection of Eutectic Systems in  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  Ceramics**, Science and Techn. of Adv. Mater., v. 2, n. 1, p. 67-71, 2001.
- (7) CASLAVSKY, J. L., VIECHNICKI, D. J., **Melting Behaviour and Metastability of Yttrium Aluminium Garnet (YAG) and  $\text{YAlO}_3$  Determined by Optical Differential Thermal Analysis**, Journal of Materials Science, v. 15, p. 1709-18, 1980.
- (8) CABRAL, R. F., PRADO DA SILVA, M. H., LOURO, L. H. L., CAMPOS, J. B., COSTA, C. R. C., LIMA, E. S., **Processamento e caracterização morfológica do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG aditivado com nióbia**, Cerâmica, v. 56, p. 129-134, 2010.
- (9) CABRAL, R. F., LOURO, L. H. L., PRADO DA SILVA, M. H., CAMPOS, J. B., LIMA, E. S., **Processamento e caracterização do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com adição de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$** , Cerâmica, v. 58, p. 14-19, 2012.

## EVALUATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF COMPOSITE BIPHASIC $\text{Al}_2\text{O}_3$ - YAG

### ABSTRACT

*Lately YAG ceramic oxide has been widely used as a reinforcing phase to  $\text{Al}_2\text{O}_3$  in order to achieve a composite with good mechanical and morphological properties. These factors are possible because the  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and YAG oxides possess high resistance to oxidation and corrosion in harsh environments and high temperatures, which makes your job quite attractive relative to other ceramics. And encouragement promotes the production of composite  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - YAG. Therefore, this study was performed in grinding a planetary ball mill for two compounds in weight percent , with a 63.65 and 36.35  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and one with 80.00 and 20.00  $\text{Al}_2\text{O}_3$  and  $\text{Y}_2\text{O}_3$  by 2 hr. After milling the powders were dried for 48 h at 120 °C. They were then comminuted by mortar and pestle  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . And after began the process of sieving using a 100 mesh sieve. The compositions were compacted in a press at 70 MPa for 30 s. The two mixtures were sintered at 1500 to 1600 °C for 3h. The samples were evaluated for hardness by Vickers microindentation, fracture toughness by the indentation method ( $K_{IC}$ ) and Sweep Electron Microscopy (SEM). It was verified that the eutectic composition sintered at 1600 °C showed the highest hardness, among others, of 10 GPa.*

Key-words: hardness,  $K_{IC}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG, morphology