



4º Congresso Brasileiro
de Ciência e Saberes
Multidisciplinares
**tudo é
ciência**
11º Encontro de Extensão
Universitária do UniFOA

**23 a 25
de outubro**

Submissões abertas até 07/09

Comparação do tamanho de grão de pós nanoestruturados e microestruturados de ZrO₂ tetragonal estabilizado com Y₂O₃ em função da temperatura de sinterização

Alexandre Alvarenga Palmeira^{1,2}; 0000-0002-9271-8858

Izabel de Oliveira da Mota¹; 0000-0001-6276-5381

Cirlene Fourquet Bandeira¹; 0000-0001-7034-2477

Leticia Alvim Dias²; 0009-0000-3586-0439

Weverton da Silva Gama Campra¹; 0009-0007-7313-4463

1 – UniFOA, Centro Universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, RJ

2 – UERJ, Universidade do Estado do Rio de Janeiro, Faculdade de Tecnologia, Resende, RJ

alex.a.palmeira@gmail.com

Resumo: O presente trabalho visa comparar o tamanho de grão de pós nanoestruturados e microestruturados de ZrO₂ tetragonal estabilizado com Y₂O₃ em função das temperaturas finais e os patamares de sinterização. Permitindo assim verificar o efeito dos diferentes parâmetros de sinterização sobre o tamanho final do grão. As amostras foram compactadas por prensagem uniaxial a frio em matrizes de aço temperado, sob 70 MPa por 30 s, formando os corpos a verde. A sinterização ocorreu entre 1.300 °C e 1.450 °C em forno FORTLAB F1600, com diferentes tempos de patamar e resfriamento controlado. A massa específica foi obtida por método geométrico e comparada à densidade teórica do ZrO₂(Y₂O₃). As amostras sinterizadas tiveram densidade, fases e microestrutura avaliadas, com tamanho médio de grão determinado pelos métodos de Heyn e diâmetro de Feret. O crescimento de grãos foi analisado pela equação clássica e pela cinética de Arrhenius, permitindo calcular a energia de ativação. Após as análises pode-se concluir que a fase tetragonal favorece o aumento da tenacidade por meio da transformação tetragonal-monoclínica induzida por tensão, acompanhada de expansão volumétrica entre 3% e 5%, o que melhora a resistência à fratura. Os pós nanoestruturados apresentaram densidade de grãos significativamente superior à dos microestruturados (20–30 grãos/μm² contra aproximadamente 5 grãos/μm²), evidenciando a relevância da densidade relativa e do controle microestrutural no desempenho mecânico. Contudo, tempos prolongados de sinterização reduzem a densidade de grãos nanoestruturados e aumentam o tamanho médio, comprometendo a capacidade de tenacificação. Assim, o controle rigoroso das condições de sinterização é fundamental para equilibrar densificação, crescimento de grão e maximização da tenacidade.

Palavras-chave: ZrO₂(Y₂O₃). Sinterização. Nanoestruturas, Tamanho de grão.



INTRODUÇÃO

O uso da zircônia tetragonal estabilizada com ítria, $ZrO_2(Y_2O_3)$, consolidou-se a partir da década de 1970, especialmente na área da implantodontia, devido à combinação de características estéticas, estabilidade química e dimensional, além de propriedades mecânicas favoráveis, como elevada tenacidade, dureza, resistência à fratura e módulo de elasticidade comparável ao do aço inoxidável (SOUZA, 2021).

A zircônia apresenta três formas polimórficas — monoclínica, tetragonal e cúbica — que variam conforme a temperatura e conferem propriedades distintas ao material. A adição de óxidos estabilizantes, com destaque para a ítria (Y_2O_3), possibilita a obtenção de uma fase tetragonal metaestável em temperatura ambiente. Sob estímulos termomecânicos, essa fase pode transformar-se em monoclínica, promovendo um aumento volumétrico de 3 a 5%, o que atua como barreira à propagação de trincas e aumenta a tenacidade à fratura. Contudo, o contato com fluidos bucais pode induzir degradação progressiva, levando ao envelhecimento e à perda gradual de desempenho mecânico (FREITAS, 2021).

Uma estratégia recorrente para aprimorar as propriedades mecânicas das cerâmicas é a incorporação de partículas de $ZrO_2(Y_2O_3)$ em matrizes cerâmicas termicamente compatíveis. O compósito $Al_2O_3-ZrO_2$ é o mais investigado nesse sentido, pois melhora a resistência mecânica da alumina e facilita sua densificação em temperaturas de até 1600 °C, enquanto a alumina pura apresenta baixa resistência à fratura e não atinge densificação completa abaixo de 1650 °C em sinterização convencional. De modo análogo, o espinélio ($MgAl_2O_4$), cuja expansão térmica é compatível com a da zircônia, também apresenta melhorias quando associado a micropartículas de ZrO_2 (DAGUANO, 2021).

O mecanismo de reforço da zircônia estabilizada ocorre pela transformação de grãos tetragonais em monoclínicos durante a propagação de trincas, resultando em expansão volumétrica de 3 a 5%. Essa transformação exerce compressão na ponta da trinca, elevando a energia requerida para sua continuidade e, assim, reforçando a resistência à fratura (LUZO, 2021). Além disso, a adição de ZrO_2 a outras matrizes cerâmicas contribui para a redução da energia necessária à sinterização, favorecendo o processamento em temperaturas mais baixas (DAGUANO, 2021).



Cerâmicas com tamanho médio de grão inferior a 100 nm são classificadas como nanocristalinas, oferecendo vantagens significativas sobre as cerâmicas convencionais, como maior tenacidade e melhor sinterabilidade (ALVES, 2021). No entanto, apresentam desafios técnicos relacionados à eliminação de aglomerados e ao controle do crescimento de grãos durante a sinterização. Desde o início do século XXI, avanços tecnológicos permitiram a produção de pós nanométricos de ZrO_2 estabilizados com 3% mol de Y_2O_3 a custos reduzidos, frequentemente associados ao uso de ligantes que favorecem a compactação. Esses desenvolvimentos intensificaram o interesse científico na investigação de rotas capazes de restringir o crescimento de grãos durante o processo de sinterização (FERNANDES, 2021).

Diante desse contexto, o presente trabalho visa comparar o tamanho de grão de pós nanoestruturados e microestruturados de ZrO_2 tetragonal estabilizado com Y_2O_3 em função das temperaturas finais e os patamares de sinterização. Permitindo assim verificar o efeito dos diferentes parâmetros de sinterização sobre o tamanho final do grão.

MÉTODOS

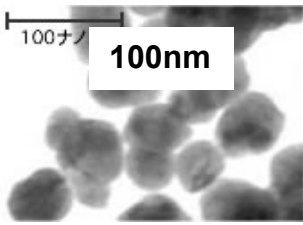
As propriedades das matérias-primas utilizadas neste trabalho estão apresentadas na Tabela 1, correspondendo a pós nanoparticulados de zircônia (ZrO_2) tetragonal estabilizada com ítria, fornecidos pela TOSOH Corporation, Japão.

Tabela 1: Principais características dos pó cerâmico utilizado nesse trabalho:

Características	$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticulado
Fabricante / identificação	TOSOH Corp. Japão / TZ 3Y-E
Y_2O_3	5,21 (3% mol)
Características	$\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ nanoparticulado
Al_2O_3	0,247
SiO_2	0,005
Fe_2O_3	0,003
Na_2O	0,023



Tabela 2: Continuação:

Características	ZrO ₂ (Y ₂ O ₃) nanoparticulado
Ligante orgânico (não identificado)	3,61
ZrO ₂	Balanço
Área superficial específica (m ² /g)	16,2 ± 2,0
Tamanho médio de partículas (□m)	0,15
Densidade (g/cm ³)	6,05
Tamanho de cristalito (nm)	40
Aspectos morfológicos	

Fonte: TOSOH Corporation-Japan

Compactação

As amostras foram compactadas por prensagem uniaxial a frio com ação dupla de pistões, utilizando matrizes cilíndricas de aço temperado (55 HRC) com 15 mm de diâmetro. Pistões e paredes das matrizes foram lubrificados com estearina para reduzir atrito. A prensagem foi realizada sob pressão de 70 MPa por 30 s, formando os corpos a verde.

Sinterização

Os corpos a verde foram sinterizados em forno FORTELAB F1600 entre 1.300 °C e 1.450 °C, seguindo o ciclo: Aquecimento até 500 °C a 10 °C/min com patamar de 60 min para eliminação do ligante; Aquecimento subsequente a 50 °C/min até a temperatura final; Lotes de 10 amostras foram sinterizados em diferentes tempos (0, 1, 2, 4, 8 e 16 h) para avaliar o efeito do tempo na densificação e no crescimento de grão; Resfriamento a 50 °C/min.



Caracterização dos corpos a verde

A massa específica foi determinada por método geométrico e pesagem, utilizando paquímetro (0,01 mm) e balança analítica (10^{-5} g), com cinco medições por amostra. O valor obtido foi comparado com a densidade teórica do $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$ ($6,05 \text{ g/cm}^3$).

Caracterização das amostras sinterizadas

Determinação do tamanho médio de grão, usando:

- a) Método da interseção linear de Heyn (ASTM E-112/96);
- b) Método do diâmetro de Feret via análise automática de imagem (Image-pro Plus 6.0).

Estudo do crescimento de grãos

O crescimento de grãos foi analisado usando a equação clássica de crescimento de grão, com constante de velocidade obtida pela equação de Arrhenius. Os expoentes de crescimento foram determinados a partir de gráficos de $\ln(G-G_0) \times \ln t$, e a energia de ativação (Q) foi calculada a partir da inclinação de $\ln k$ versus $1/T$, permitindo avaliar a cinética de crescimento dos grãos de $\text{ZrO}_2(\text{Y}_2\text{O}_3)$.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

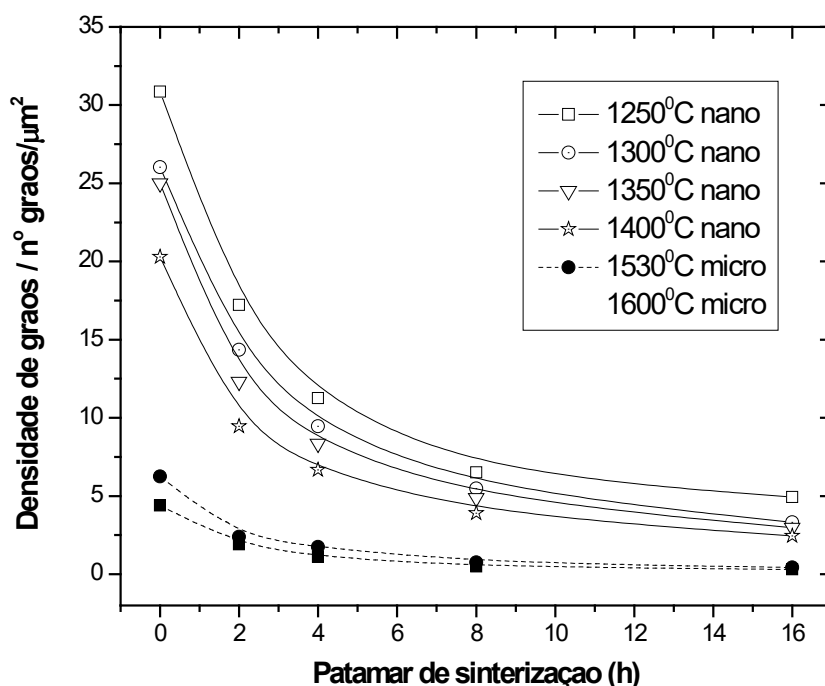
O estudo mostra que o crescimento de grãos nas cerâmicas de $\text{ZrO}_2(3\% \text{ molY}_2\text{O}_3)$ ocorre em duas etapas: a fase inicial, com densidade relativa abaixo de 90%, ligada ao rearranjo e compactação dos grãos, e a fase tardia, acima de 90%, marcada pela intensificação do crescimento. Nas amostras nanoestruturadas, esse crescimento é classificado como “normal”, semelhante ao de materiais microestruturados, mas influenciado por poros fechados. Observou-se ainda que a fase tetragonal exerce papel fundamental na melhoria da tenacidade, pois a transformação tetragonal-monoclínica induzida por tensão gera expansão volumétrica de 3% a 5%, elevando resistência e tenacidade à fratura.

Além disso, verificou-se que o aumento da população de grãos tetragonais com potencial de transformação tende a elevar de forma considerável a tenacidade global. Nesse sentido, torna-se evidente a importância de controlar o crescimento de grãos durante a sinterização para garantir a otimização da microestrutura. A Figura 1 apresenta a variação da população de grãos por unidade de área em função do tipo de pó utilizado, do tempo de patamar e da



temperatura de sinterização, demonstrando a influência direta desses parâmetros sobre a densificação e o desempenho mecânico do material.

Figura 1 - Variação da densidade de grãos em função do patamar de sinterização, para as amostras micro e nanoestruturadas.

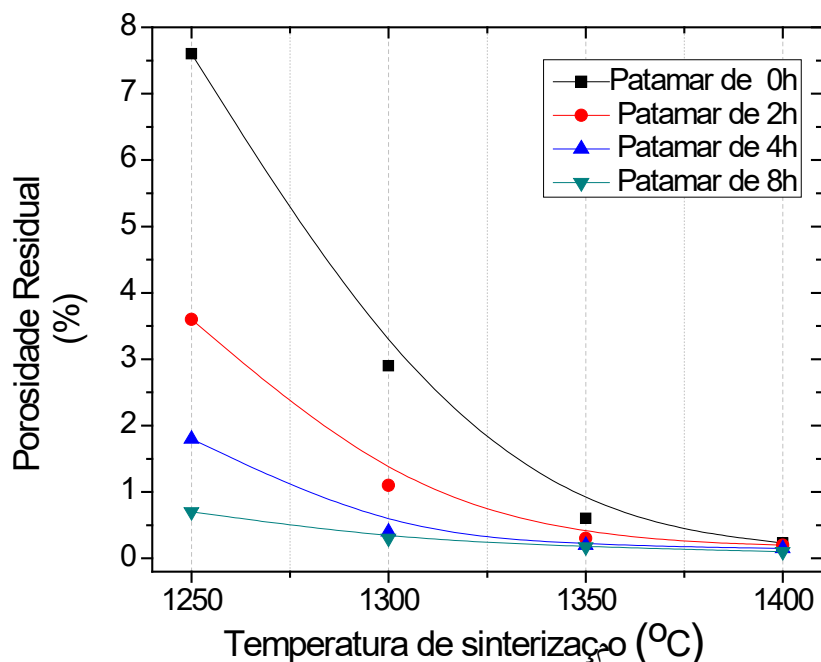


Fonte: autoria própria

Os resultados evidenciam que os pós nanoestruturados permitem alcançar densidades de grãos significativamente superiores às dos pós microestruturados. Em sinterizações sem patamar de isoterma, a densidade de grãos dos materiais provenientes de pós nanoestruturados varia entre 20 e 30 grãos/ μm^2 , enquanto nos microestruturados esse valor é aproximadamente 5 grãos/ μm^2 . Essa diferença reforça a importância da densidade relativa como parâmetro determinante das propriedades mecânicas das cerâmicas. Dessa forma, a análise conjunta desses resultados com os apresentados na Figura 2 é essencial para o desenvolvimento de microestruturas otimizadas, capazes de maximizar o desempenho mecânico dos materiais.



Figura 2 - Porosidade das amostras Z06 sinterizadas em função do tempo e da temperatura de sinterização.



Fonte: autoria própria

Observa-se que, com o aumento do tempo de patamar de sinterização, a densidade de grãos dos materiais nanoestruturados diminui de forma exponencial. Esse prolongamento do patamar contribui significativamente para a redução da capacidade tenacificadora do material, pois diminui a população de grãos e aumenta o tamanho médio dos mesmos.

CONCLUSÕES

A fase tetragonal contribui para maior tenacidade por transformação tetragonal-monoclínica sob tensão, com expansão volumétrica de 3–5%, elevando a resistência à fratura. Os pós nanoestruturados apresentaram densidade de grãos muito superior aos microestruturados (20–30 grãos/ μm^2 contra cerca de 5 grãos/ μm^2). Essa diferença reforça a importância da densidade relativa e do controle microestrutural no desempenho mecânico. Entretanto, tempos prolongados de patamar de sinterização reduzem a densidade de grãos nanoestruturados e aumentam o tamanho médio, diminuindo sua capacidade tenacificadora. Logo, o ajuste preciso das condições de sinterização é essencial para equilibrar densificação, crescimento de grão e otimização da tenacidade.



AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem ao UniFOA pelo apoio no desenvolvimento técnico-científico através dos pelos mecanismos de desenvolvimento disponibilizados e pelo incentivo discente através do programa Institucional de Iniciação Científica.

REFERÊNCIAS

- ALVES, M. F. R. P. ; ABREU, L. G. ; KLIPPEL, C. G. P. ; SANTOS, C ; STRECKER, K. **Mechanical properties and translucency of a multi-layered zirconia with color gradient for dental applications.** CERAMICS INTERNATIONAL, v. 47, p. 301-309, 2021.
- DAGUANO, J. K. M. B. ; DANTAS, L. ; SOARES, V. O. ; ALVES, M. F. R. P. ; SANTOS, C ; Zanotto, E.D. . **Optimizing the microstructure of a new machinable bioactive glass-ceramic.** Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials, v. 122, p. 104695, 2021.
- FERNANDES, M. T. ; SILVA, L. M. ; MENDES, P. S. N. ; QUEIROZ, A. V. ; CASTRO, J. A. ; SANTOS, C . **A degradation kinetics model of Mg-Zn-Mn-Ca alloys in Kokubo solution.** Journal of Materials Research and Technology-JMR&T, v. 11, p. 887-895, 2021.
- FREITAS, B. X. ; NUNES, C.A. ; SANTOS, C ; COELHO, G. C. . **Microstructural Evolution and Electrochemical Behavior of Solution Treated, Hot Rolled and Aged MgDyZnZr Alloy.** Metals, v. 11, p. 1855, 2021.
- LUZO, R. O. ; OLIVEIRA, V. D. ; COSTA, M. A. ; Santos, C. ; AMARANTE, J. E. V. ; DAGUANO, J. K. M. B. ; STRECKER, K. ; ALVES, M. F. R. P. . **Y-PSZ/Bioglass 45S5 composite obtained by the infiltration technique of porous pre-sintered bodies using sacrificial molding.** RESEARCH, SOCIETY AND DEVELOPMENT, v. 10, p. e57510716920, 2021.
- SOUZA, R. C. ; DUARTE, R. N. ; ALVES, M. F. R. P. ; DAGUANO, J. K. M. B. ; SANTOS, C; STRECKER, K . **Cyclic fatigue behavior of hydrothermally aged 3Y-TZP ceramics in 4-point bending tests.** Processing and Application of Ceramics, v. 15, p. 184-194, 2021.