

## Propriedades mecânicas do compósito alumina-YAG

*(Mechanical properties of Alumina-YAG ceramic composites)*

M.M Nogueira<sup>1</sup>; J.V.Valladares,<sup>1</sup>; M.F.R.P Alves<sup>2</sup>; J.V.Candido Souza<sup>3</sup>, R.O Magnago<sup>4</sup>, C. Santos<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Faculdade de Tecnologia Campus Regional de Resende - UERJ, Rodovia Presidente Dutra km 298, Pólo Industrial – Resende-RJ

<sup>2</sup> Escola de Engenharia de Lorena - USP.

Estrada Municipal do Campinho, s/n, Ponte Nova, Lorena - SP.

<sup>3</sup> Universidade Estadual Paulista - UNESP.

Avenida Ariberto Pereira da Cunha, 333, Portal das Colinas, Guaratinguetá - SP.

<sup>4</sup> Centro Universitário de Volta Redonda - UniFOA, Av. Paulo Erlei Alves Abrantes, 1325 - Três Poços, Volta Redonda-RJ

[roberto.magnago@foa.org.br](mailto:roberto.magnago@foa.org.br)

### Resumo

*O objetivo deste trabalho foi caracterizar as propriedades mecânicas do compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> YAG em função das características microestruturais. Misturas de pós compostas de 80 wt.% de alumina e de 20 wt.% de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram preparadas por moagem convencional, compactadas e submetidas a sinterização a temperatura de 1620°C por diferentes tempos de patamar gerando microestruturas distintas. As amostras foram caracterizadas por difração de raios X, densidade relativa e as seguintes propriedades mecânicas: Dureza Vickers, Tenacidade a fratura, modulo de elasticidade e resistência à flexão biaxial. Os resultados demonstram que amostras com densificação parcial (88%-94%) foram obtidas em todas as condições de sinterização utilizadas. Apresentaram dureza e modulo de elasticidade da ordem de 1410-1450HV e 270-80GPa respectivamente, independente das condições de sinterização. Resultados de tenacidade a fratura e resistência a flexão indicam valores da ordem de 2,5-3,5MPa/m<sup>1/2</sup> e 170-250MPa, respectivamente para a condição 1620°C por 0h-20h. Os resultados apontam para uma forte dependência com a densidade relativa e pouco efeito do crescimento de grão.*

**Palavras-chave:** Compósito cerâmico, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>, sinterização, propriedades mecânicas.

### Abstract

*The objective of this work was to characterize the mechanical properties of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> YAG composite as a function of microstructural characteristics. Powder mixtures of 80 wt.% Alumina and 20 wt.% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> were prepared by conventional milling, compacted and submitted to sintering at 1620 °C for different holding times (0-20h), generating different densification and microstructures. The samples were characterized by X-ray diffraction, relative density and the following mechanical properties: Vickers hardness, fracture toughness, Young modulus and biaxial flexural strength. The results demonstrate that samples with partial densification (88% - 94%) were obtained in all the sintering conditions used. Hardness and Young modulus of 1410-1450HV and 270-80GPa respectively, were obtained, independently of the sintering conditions. Results of fracture toughness and flexural strength indicated values of the order of 2.5-3.5 MPa /*

*m<sup>1/2</sup> and 170-250 MPa, respectively for the condition 1620 °C for 0-20 h. The results point to a strong dependence on the relative density and little effect of grain growth.*

**Keywords:** *Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> ceramic composites, sintering, mechanical properties*

---

## 1. INTRODUÇÃO

O compósito cerâmico Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> tem sido amplamente utilizado nas diferentes áreas da engenharia. Na engenharia aeroespacial, na indústria aeronáutica e no desenvolvimento de ferramentas de usinagem [1-3]. A microestrutura bifásica resultante da sinterização das misturas em pó de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> apresenta grãos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e YAG (Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> - Ítrio- Alumínio garnet) distribuídos homogêneoamente, que após a sinterização, promovem a geração de tensões residuais compressivas entre as duas fases. Essas tensões são causadas pela diferença no coeficiente de expansão térmica dos diferentes materiais (CET). Esse comportamento aumenta a tenacidade à fratura deste compósito cerâmico devido às dificuldades de propagação das trincas intergranulares.

As principais vantagens na utilização de cerâmicas a base de óxidos em relação as outras cerâmicas, são a sua alta resistência à oxidação e corrosão em ambientes agressivos e a resistência a altas temperaturas. Nos anos 90, alguns estudos demonstraram que as cerâmicas YAG apresentam maior resistência à fluência. A integridade mecânica desta cerâmica a temperaturas por volta de 1500°C foi confirmada em diversos estudos [3-6].

Uma maneira simples e rápida de avaliar as propriedades mecânicas dos materiais cerâmicos é o método de indentação Vickers para medir a dureza e tenacidade à fratura. Teste requer apenas uma pequena amostra do material com superfície adequadamente plana e polida. Além disso, os resultados de indentação Vickers podem ser usados para calcular outras propriedades importantes dos materiais cerâmicos, como resistência à fratura [7], Índice de Meyer [8] e Módulo de Young [9, 10].

O objetivo deste trabalho foi analisar o efeito de parâmetros de processamento do compósito cerâmico Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> em relação à porosidade das amostras sinterizadas e também correlacionar esses valores obtidos com a medida de dureza do material gerado.

## 2. PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

## **2.1. Processamento**

Os materiais utilizados neste estudo foram pós comerciais de alumina,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Modelo A-1000 SG- Alcoa) com 99,83% de pureza e Ítria ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) (Alfa-Aesar), com pureza de 99,90%. Uma composição de mistura contendo 80,00% em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 20,00% em peso de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , foi preparada em moinho de atrito durante 2 horas a 200 rpm, utilizando álcool isopropílico. Mais detalhes sobre as composições utilizadas são mostrados em trabalhos anteriores [11]. As misturas foram secas a  $120^\circ\text{C}$  por 24 horas e logo após, peneiradas. Os pós foram prensados a frio uniaxialmente a 100MPa, por 30 segundos. Os compactos foram sinterizados a  $1620^\circ\text{C}$  por 0, 5, 10, 15 ou 20h, com taxas de aquecimento e resfriamento de  $5^\circ\text{C} / \text{min}$  em forno com resistência de  $\text{MoSi}_2$ .

## **2.2. Caracterizações**

A densidade relativa das amostras sinterizadas foi determinada pelo método de imersão aplicando o princípio de Arquimedes. A densidade teórica foi obtida pela regra das misturas. . As amostras sinterizadas foram caracterizadas por difração de raios X, utilizando um difratômetro da marca e modelo Shimadzu XRD6100 com radiação  $\text{CuK}\alpha$ , com taxa de 5 segundos por ponto e uma faixa de varredura entre  $20^\circ$  e  $80^\circ$ . As fases cristalinas encontradas nos materiais sinterizados foram identificadas por comparação com a base de dados do JCPDS [12].

A microestrutura das amostras sinterizadas foi avaliada por microscopia eletrônica de varredura (MEV), utilizando o microscópio Hitachi TM3000: As amostras foram preparadas por lixamento e polimento utilizando um polidor Buehler Automatic AUTOMET-250.

## **2.3. Propriedades Mecânicas**

A microdureza Vickers e a tenacidade à fratura foram calculadas usando o método de indentação Vickers de acordo com ASTM C-1327-99 [13]. As secções transversais das amostras sinterizadas foram submetidas as medidas de dureza de Vickers utilizando o microdurômetro DHV-1000Z-Time-corp. da China: Uma carga de indentação de 1000gF foi aplicada durante os testes. Em cada amostra 10 indentações foram medidas e a média e o desvio padrão de dureza para cada mistura foi obtida. Discos sinterizados ( $n=5$ ) de  $\text{Ø}12 \times 1,3$  mm foram preparados e submetidos a ensaios não destrutivo para determinação de módulo de elasticidade, utilizando equipamento Sonelastic, e ensaio de flexão biaxial foi sequencialmente realizado, utilizando ensaio pino-3 esferas, em máquina universal EMIC-1000, seguindo a norma ISO 6872.

### 3. RESULTADOS E DISCUSSÕES

A Figura 1 apresenta resultados de densidade relativa em função do patamar de sinterização a 1620°C. Observa-se um aumento da densificação em função do aumento do patamar, saindo de 88% para amostras sinterizadas a 1620°C sem patamar, e alcançando 94,5% para patamares de 20h. Não foi possível obter-se densificação completa a 1620°C.

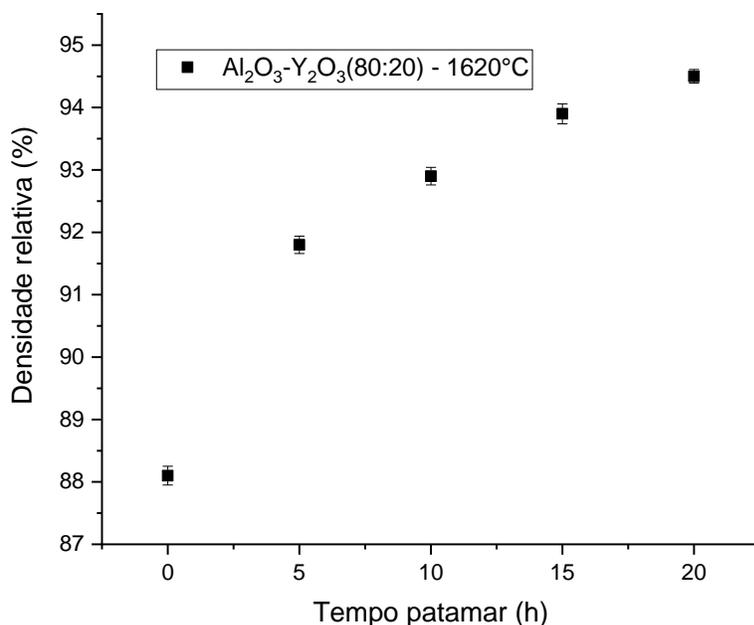


Figura 1 - Densidade relativa dos compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ , sinterizados a 1620°C, em função do patamar de sinterização.

A Figura 2 apresenta os resultados de difração de raios X das amostras sinterizadas. Nota-se que a mistura de pós possui picos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , e ao final da sinterização a 1620°C, independente do patamar, toda a ítria foi convertida na formação de  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  com consumo parcial da alumina na formação de nova fase no estado sólido.

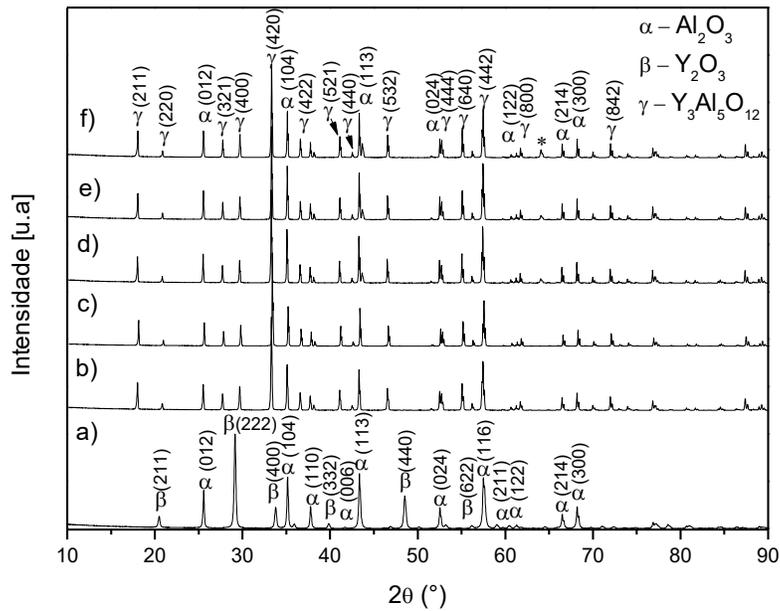


Figura 2 - Difração de raios X dos compostos  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ : a) mistura de pós, sinterizadas a  $1620^\circ\text{C}$ , b) 0h, c) 5h, d) 10h, e) 15h, f) 20h.

Os resultados da análise microestrutural são apresentados na Figura 3. Apesar de serem apenas pouco representativas, e necessitarem de caracterização mais aprofundada, as micrografias apontam para um crescimento de grão em função dos patamares utilizados nesse estudo. Esse comportamento possivelmente teve influencia nos resultados das propriedades mecânicas. A Tabela I apresenta um resumo dessas caracterizações.

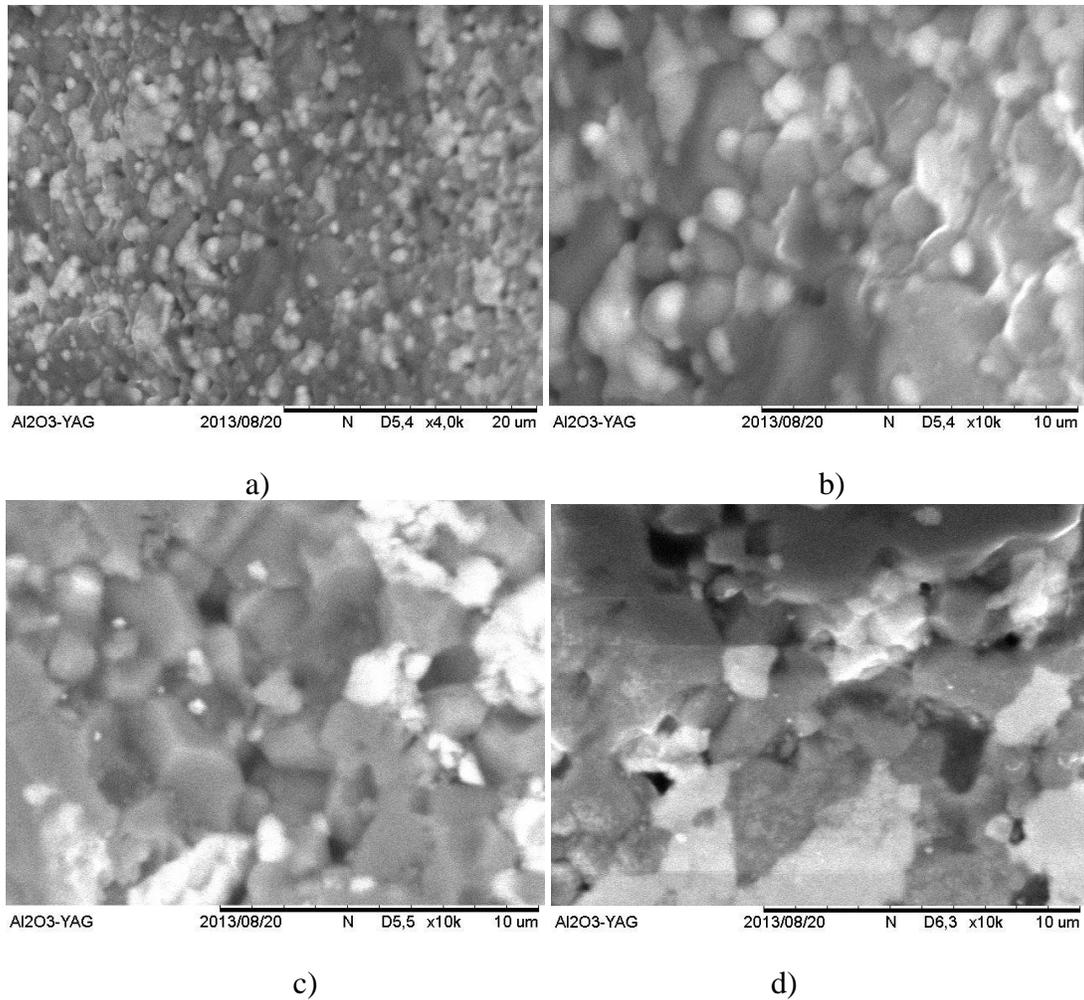


Figura 3 - Micrografias representativas do composto  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG sinterizado a  $1620^\circ\text{C}$ : a) 5h, b) 10h, c) 15h, d) 20h.

Tabela 1 - Propriedades do composto  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG em função do patamar de sinterização.

Patamar (h)	DR(%)	HV	$K_{IC}$	E (GPa)	$\sigma_f$ (MPa)
0	$88,1 \pm 0,15$	$1415 \pm 37$	$2,32 \pm 0,17$	$275 \pm 7$	$174 \pm 35$
5	$91,8 \pm 0,14$	$1428 \pm 35$	$2,65 \pm 0,11$	$277 \pm 3$	$189 \pm 28$
10	$92,9 \pm 0,14$	$1435 \pm 28$	$3,02 \pm 0,20$	$286 \pm 5$	$210 \pm 37$
15	$93,9 \pm 0,16$	$1443 \pm 18$	$3,13 \pm 0,15$	$284 \pm 4$	$232 \pm 25$
20	$94,5 \pm 0,11$	$1452 \pm 25$	$3,25 \pm 0,17$	$285 \pm 5$	$251 \pm 14$

Um aumento da densificação, fruto do aumento do patamar de sinterização utilizado, leva

ao aumento da dureza dos compósitos cerâmicos. Como não houve alterações cristalográficas consideráveis entre os diferentes ciclos de sinterização utilizados, nota-se que os valores de dureza, tenacidade módulo de elasticidade e resistência a flexão, são influenciados pela porosidade residual do material, com leve aumento em função da redução da porosidade. Além disso, o crescimento de grão inerente do aumento do tempo de sinterização, não parece ter interferido no mecanismo de deflexão de trincas de forma a reduzir a tenacidade a fratura. Porém, estudos mais detalhados devem ser realizados visando associar o crescimento de grão da matriz de alumina e do reforço de YAG em função do patamar, com seus efeitos nos mecanismos de tenacificação e associadas com a tensão térmica residual inerente da microestrutura duplex composta de materiais de diferentes coeficientes de expansão térmica.

## **CONCLUSÕES**

Neste trabalho, pós de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e ítria ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) foram sinterizados a  $1620^\circ\text{C}$ , resultando em compósito formado pelas fases  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , o que indica que o  $\text{Y}_2\text{O}_3$  foi integralmente convertido pela reação estequiométrica com parte de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presente na mistura preparada. Nessa temperatura de sinterização, o aumento do patamar de 0h para 20h, melhora parcialmente a densificação, a qual passa de 88% para 94,5%. Como consequência, os valores de dureza, tenacidade, módulo de elasticidade e resistência a flexão, experimentam leve aumento com a redução da porosidade.

## **AGRADECIMENTOS**

Os autores agradecem a FAPERJ (processo E26-202.997/2017) e ao CNPq (processo 311119/2017-4) pelo apoio financeiro.

## **REFERÊNCIAS**

- [1] Palmero P, Simone A, Esnouf C, Fantozzi G, Montanaro L, Comparison among different sintering routes for preparing alumina-YAG nanocomposites, J. Eur. Ceram. Soc., 2006; 26: 941-947.

- [2] Ochiai S, Hojo M, Mitani A, Nakagawa N, Sakata S, Sato K, Takahashi T, Ueda T, Waku Y, Deformation and Fracture Behavior of an Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/YAG Composite from Room Temperature to 2023 K, *Composites Science and Technology*, 2001; 61: 2117-2128.
- [3] Parthasarathy TA, Mah T, Matson LE, Processing, Structure and Properties of Alumina-YAG Eutectic Composites, *J. Ceram. Proc. Research*, 2004; 5: 380-390.
- [4] Waku Y, Nakagawa N, Wakamoto T, Otsubo H, Shimizu K, Kohtoku Y, High Temperature Strength and Thermal Stability of Unidirectionally Solidified Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/YAG Eutectic Composite, *J. Mat. Science*, 1998; 33: 1217-1225.
- [5] Li WQ, Gao L, Processing, Microstructure and Mechanical Properties of 25 vol% YAG-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nanocomposites, *Nano Structured Materials*, 1999; 11:1073-1080.
- [6] Wang H, Gao L, Preparation and Microstructure of Polycrystalline Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG Composites, *Ceramics International*, 2001; 27: 721-723.
- [7] Baldassarri M, Margolis HC, Beniash E, Compositional Determinants of Mechanical Properties of Enamel. , *J. Dent. Res*, 2008; 87(7): 645-649.
- [8] Kim H, Kim T, Measurement of Hardness on Traditional Ceramics, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 2002; 22:1437-1445.
- [9] Rouxel T, Sangleboeuf J, Moysan C, Truffin B, Indentation topometry in glasses by atomic force microscopy, *J. Non-Cryst. Solids*, 2004; 344: 26–36.
- [10] Ziemath EC, Herrmann PSP, Densification and residual stresses induced in glass surfaces by Vickers indentations *J. Non-Cryst. Solids*, 2000; 273: 19-24.
- [11] Santos APO, Itaboray LM, Sousa Lima E. ; Santos C, Cabral RF, Development and characterization of the Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-YAG ceramic composites, *Materials Science Forum*, 798-799, 2014, 383-388.
- [12] Powder Diffraction File Inorganics Phases: alphabetical index, inorganics phases – JCPDS, International Centre for Diffraction Data, 2000.
- [13] ASTM: C 1327-99. Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics, 1999, 1-8.