

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE  $ZrO_2$  DOPADA COM  
 $CeO_2/Y_2O_3$  E REFORÇADA COM PLAQUETAS DE ALUMINA,  
NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO COMPÓSITO  
CERÂMICO ALUMINA – ZIRCÔNIA**

**ANNE CAROLINE DE PAULA NASCIMENTO**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA  
UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**

**FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS**

**INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE  $ZrO_2$  DOPADA COM  $CeO_2/Y_2O_3$  E RE-  
FORÇADA COM PLAQUETAS DE ALUMINA, NAS PROPRIEDADES  
MECÂNICAS DO COMPÓSITO CERÂMICO ALUMINA – ZIRCÔNIA**

**ANNE CAROLINE DE PAULA NASCIMENTO**

**ORIENTADOR: COSME ROBERTO MOREIRA DA SILVA  
DISSERTAÇÃO DE MESTRADO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS  
BRASÍLIA/DF: JUNHO, 2021.**

UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA  
FACULDADE DE TECNOLOGIA  
DEPARTAMENTO DE ENGENHARIA MECÂNICA  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS MECÂNICAS

INFLUÊNCIA DA ADIÇÃO DE  $ZrO_2$  DOPADA COM  $CeO_2/Y_2O_3$  E REFORÇADA COM  
PLAQUETAS DE ALUMINA, NAS PROPRIEDADES MECÂNICAS DO COMPÓSITO  
CERÂMICO ALUMINA – ZIRCÔNIA

ANNE CAROLINE DE PAULA NASCIMENTO

DISSERTAÇÃO SUBMETIDA AO PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS  
MECÂNICAS DA FACULDADE DE TECNOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA,  
COMO PARTE DOS REQUISITOS NECESSÁRIOS PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE  
MESTRE EM CIÊNCIAS MECÂNICAS.

APROVADA POR:

---

Prof. Cosme Roberto Moreira da Silva, Doutor (Universidade de Brasília)  
(Orientador)

---

Prof. Jorge Luiz de Almeida Ferreira, Doutor (Universidade de Brasília)  
(Examinador Interno)

---

Prof. Claudinei dos Santos, Doutor (Universidade Estadual do Rio de Janeiro)  
(Examinador Externo)

BRASÍLIA/DF, 23 de junho de 2021.

## FICHA CATALOGRÁFICA

NASCIMENTO, ANNE CAROLINE DE PAULA

Mestre [Distrito Federal], 2021.

XVI, 128p.210x297mm (PPGCM/FT/UnB, Mestre, Ciências Mecânicas, 2021).

Dissertação de Mestrado – Universidade de Brasília. Faculdade de Tecnologia.

Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas.

1. BIOMATERIAIS

2. BIOCERÂMICAS

3. FADIGA

4. ALUMINA-ZIRCÔNIA

**I.ENM/FT/ UnB II. Brasília**

## REFERÊNCIA BIBLIOGRÁFICA

NASCIMENTO, Anne Caroline de Paula. Influência da adição de  $ZrO_2$  dopada com  $CeO_2/Y_2O_3$  e reforçada com plaquetas de alumina, nas propriedades mecânicas do compósito cerâmico alumina – zircônia. Dissertação de Mestrado em Ciências Mecânicas. Publicação ENM.DM – 212A/2021, Programa de Pós-Graduação em Ciências Mecânicas, Universidade de Brasília – Faculdade de Tecnologia, Brasília, DF, 128p.

## CESSÃO DE DIREITOS

AUTOR: Anne Caroline de Paula Nascimento

TÍTULO: Influência da adição de  $ZrO_2$  dopada com  $CeO_2/Y_2O_3$  e reforçada com plaquetas de alumina, nas propriedades mecânicas do compósito cerâmico alumina – zircônia.

GRAU: Mestre ANO: 2021

É concedida à Universidade de Brasília permissão para reproduzir cópias desta dissertação de mestrado e para emprestar ou vender tais cópias somente para propósitos acadêmicos e científicos. O autor reserva outros direitos de publicação e nenhuma parte dessa dissertação de mestrado pode ser reproduzida sem autorização por escrito do autor.

---

ANNE CAROLINE DE PAULA NASCIMENTO

Endereço: Av. Belo Horizonte, Qd. 8 Lt. 11 Apt. 002, Vila Góis, Anápolis – Go.

“Do mesmo modo que o metal enferruja com a ociosidade e a água parada perde sua pureza, assim a inércia esgota a energia da mente.”

- Leonardo da Vinci

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço sobretudo a Deus pelo dom da vida e por ter me proporcionado a oportunidade de realizar este sonho. Agradeço também a Ele por ter me dado saúde e força para superar os obstáculos e dificuldades do caminho.

Agradeço e dedico este momento a minha família, noivo e amigos, que estiveram ao meu lado sempre e me apoiaram e incentivaram a estudar, sendo minha fortaleza, escudo, suporte e fonte de amor incondicional.

Ao meu orientador doutor Cosme Roberto, que fez toda a diferença na orientação deste trabalho, agradeço por sua confiança, paciência, suporte e incentivo.

Aos meus colegas de pós-graduação pelos momentos de estudo, descontração e amizade. Em especial, ao doutorando Maycol M. Coutinho pela amizade e pela colaboração.

A esta instituição e a toda equipe docente, que oportunizaram a janela que hoje vislumbro e a todos os professores por proporcionarem, não apenas conhecimentos de engenharia, mas também manifestação de caráter e afetividade ao longo da minha formação. E a todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação.

Por fim, gostaria de agradecer a Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES pela bolsa de pesquisa que possibilitou a realização desse projeto.

## RESUMO

Neste trabalho, compósitos cerâmicos, a base de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e zircônia dopada com ítria e céria reforçado com plaquetas de alumina ((Ce,Y)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), denominado ZrI, caracterizados quanto a sua microestrutura, propriedades mecânicas e resistência a fadiga. Misturas dos pós de alumina contendo 5, 10, 15, 20 e 100% de (Ce,Y)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  foram processados por tecnologia do pó, compactadas uniaxialmente a 100 MPa e sinterizadas a 1600 °C – 2 h. As amostras foram caracterizadas por densidade relativa, microscopia eletrônica de varredura, difratometria de raios-X e rugosidade superficial. Foram determinados os módulos de elasticidade, dureza Vickers, tenacidade a fratura, resistência a fratura por flexão e limite de resistência a fadiga. Resultados apontam para uma elevada densificação das amostras, superior a 97,5%, uma microestrutura refinada e heterogênea, devido as plaquetas de alumina. Compósitos de 5, 10, 15 e 20% de ZrI apresentaram 100% dos grãos de zircônia em sua fase tetragonal enquanto o compósito com 100% de ZrI apresentou uma pequena parcela de zircônia monoclinica. A adição de ZrI na matriz de alumina promoveu a redução dos módulos de elasticidade e das durezas dos materiais, devido ao menor módulo de elasticidade e dureza da ZrI em relação a alumina. Em contrapartida a tenacidade a fratura aumentou em até 110% no compósito com matriz de alumina, e a tenacidade do compósito com 100% de ZrI foi 20% superior a melhor tenacidade dos compósitos alumina-zircônia. A resistência a flexão variou entre 258 MPa e 316 MPa. Infere-se que essas mudanças ocorreram devido a transformação martensítica, gerada na frente da microtrinca, com expansão volumétrica e criação de zonas de compressão e microtrincamentos, dificultando sua propagação. O limite de resistência a fadiga do compósito com 20% de ZrI foi prejudicado pela adição de um maior teor de plaquetas no compósito. A adição de ZrI na matriz de alumina causou aumento da anisotropia e da heterogeneidade microestrutural no compósito, pela adição de inclusões tais como plaquetas de alumina. Considerando-se que as trincas podem se iniciar nesses defeitos durante os ensaios de fadiga o maior percentual de ZrI no compósito com 20% de ZrI pode ter gerado a nucleação e microtrincas, reduzindo o limite de resistência a fadiga deste compósito.

## ABSTRACT

In this work, ceramic composites, based on alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and zirconia doped with yttria and ceria reinforced with alumina platelets ((Ce,Y)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), called ZrI, are characterized as to their microstructure, mechanical properties and fatigue resistance. Mixtures of alumina powders containing 5, 10, 15, 20 and 100% (Ce,Y)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  were processed by powder technology, uniaxially compacted at 100 MPa and sintered at 1600 °C – 2 h. The samples were characterized by relative density, scanning electron microscopy, X-ray diffraction and surface roughness. The modulus of elasticity, Vickers hardness, fracture toughness, flexural fracture strength and fatigue strength limit were determined. Results point to high sample densification, above 97,5%, refined and heterogeneous microstructure, due to alumina platelets. Composites with 5, 10, 15 and 20% ZrI showed 100% of the zirconia grains in its tetragonal phase, while the composite with 100% ZrI showed a small portion of monoclinic zirconia. The addition of ZrI to the alumina matrix reduced the modulus of elasticity and hardness of the materials, due to the lower modulus of elasticity and hardness of ZrI in relation to alumina. On the other hand, fracture toughness increased up to 110% in the composite with alumina matrix, and the toughness of the composite with 100% ZrI was 20% higher than the best toughness of the alumina-zirconia composites. Flexural strength ranged between 258 MPa and 316 MPa. It is inferred that this change occurs due to martensitic transformation, generated in front of the microcrack, with volumetric expansion and creation of compression zones and micro-cracks, making its propagation difficult. The fatigue strength limit of the composite with 20% ZrI was harmed by the addition of a higher content of platelets in the composite. The addition of ZrI to the alumina matrix caused an increase in anisotropy and microstructural heterogeneity in the composite, by the addition of inclusions such as alumina platelets. Considering that cracks can start in these defects during fatigue tests, the highest percentage of ZrI in the composite with 20% ZrI may have generated nucleation and microcracks, reducing the fatigue strength limit of this composite.

## SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS .....	12
LISTA DE TABELAS.....	16
LISTA DE QUADROS .....	17
LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS .....	18
1        Introdução .....	20
1.1      Objetivos .....	21
1.1.1    Objetivo geral.....	21
1.1.2    Objetivos específicos .....	21
1.2      Metodologia .....	22
1.3      Estrutura do Trabalho.....	22
2        Revisão bibliográfica .....	24
2.1      Contextualização: Biomateriais e Biocerâmicas.....	24
2.2      Cerâmicas de Alumina .....	28
2.3      Cerâmicas de Zircônia .....	30
2.3.1    Mecanismos de tenacificação.....	33
2.3.1.1   Aumento da Tenacidade Induzido por Tensão .....	34
2.3.1.2   Microtrincamento.....	34
2.3.1.3   Tensões Superficiais Compressivas .....	35
2.4      Compósitos Cerâmicos de Alumina-Zircônia.....	36
2.5      Processamento dos Pós Cerâmicos .....	38
2.5.1    Mistura e moagem.....	38
2.5.2    Aditivos de Processamento e Compactação.....	39
2.5.3    Secagem e Evaporação do Ligante .....	42
2.5.4    Sinterização das Cerâmicas.....	43
2.6      Propriedades Mecânicas.....	44
2.6.1    Dureza .....	44
2.6.2    Módulo de Elasticidade.....	46
2.6.3    Tenacidade à Fratura .....	47
2.6.4    Resistência mecânica a flexão.....	50
2.7      Fadiga.....	52

2.7.1	O fenômeno.....	52
2.7.2	Descrição dos Carregamentos.....	53
2.7.3	Fatores que afetam o limite de resistência do material.....	55
2.7.4	Mecanismos de fadiga.....	56
2.7.4.1	Nucleação de trincas.....	56
2.7.4.2	Propagação da Trinca.....	58
2.7.4.3	Fratura.....	58
2.7.5	Método da escada.....	60
2.7.6	Método da escada modificada.....	61
2.7.6.1	Cálculo da média e desvio padrão.....	62
2.7.6.2	Intervalo de confiança para limite médio de fadiga.....	63
2.7.6.3	Intervalo de confiança para desvio padrão.....	63
2.8	Fadiga em Cerâmicas.....	64
2.9	Trabalhos Envolvendo os Estudos de Propriedades Mecânicas e Fadiga em Compósitos com Zircônia.....	66
3	Materiais e métodos.....	73
3.1	Fluxograma de Atividades.....	73
3.2	Obtenção dos Pós.....	74
3.3	Processamento dos Pós.....	74
3.3.1	Preparo das composições.....	74
3.3.2	Mistura dos pós.....	75
3.3.3	Prensagem / Compactação.....	76
3.3.4	Sinterização.....	77
3.3.5	Preparo do CP.....	78
3.4	Caracterização Microestrutural.....	78
3.4.1	Densidade relativa.....	78
3.4.2	Microscopia Eletrônica de Varredura.....	79
3.4.3	Espectroscopia de energia dispersiva.....	79
3.4.4	Difratometria de raios-X.....	79
3.4.4.1	Quantificação das Fases Presentes.....	79
3.4.5	Medidas de Rugosidade Superficial.....	80
3.5	Caracterização das Propriedades Mecânicas.....	80
3.5.1	Módulo de Elasticidade.....	80

3.5.2	Dureza Vickers.....	80
3.5.3	Tenacidade a fratura.....	81
3.5.4	Teste de flexão .....	82
3.5.5	Teste de fadiga por flexão.....	83
3.5.5.1	Confiabilidade para o limite médio de fadiga e o desvio padrão.....	84
4	Resultados e discussão.....	85
4.1	Caracterização da Microestrutura e das Propriedades .....	85
4.1.1	Densidade relativa e retração linear do material.....	85
4.1.2	Microscopia eletrônica de varredura.....	86
4.1.3	Espectroscopia de Energia Dispersiva .....	93
4.1.4	Difratometria de raios-X.....	97
4.1.5	Rugosidade superficial.....	99
4.2	Caracterização das Propriedades Mecânicas.....	102
4.2.1	Módulo de Elasticidade.....	102
4.2.2	Dureza Vickers.....	103
4.2.3	Tenacidade a Fratura.....	105
4.2.4	Teste de Flexão .....	109
4.2.5	Teste de Fadiga .....	109
4.2.5.1	Análise de Falha.....	114
5	Conclusões.....	116
	Referências bibliográficas .....	117

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Exemplos de aplicações de materiais cerâmicos. (a) Ferramentas auxiliares de trefilação, (b) peças cortadas por ferramentas de alto desempenho de corte, (c) tubos de carbeto de silício [15].	20
Figura 2 - Etapas do ciclo de vida de um biomaterial [28].	26
Figura 3 - Exemplos de aplicações de biocerâmicas: (a) aspecto de um grânulo de hidroxiapatita; (b) imagem pré-operatória de grânulos de um biocerâmico composto; c) imagem pós-operatório do uso de material biocerâmico [29].	27
Figura 4 – Estrutura cristalina hexagonal da $\alpha$ -alumina [31].	28
Figura 5 – Formas polimórficas da zircônia sob pressão atmosférica [39].	31
Figura 6 – Microestrutura da (a) zircônia totalmente estabilizada por ítria, (b) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por Ítria [39].	32
Figura 7 - Ilustração do mecanismo de tenacificação por transformação induzida por tensão [45].	34
Figura 8 - Mecanismo de tenacificação por microtrincas [43].	35
Figura 9 – (a) Diagrama de um corte através de uma superfície livre à temperatura de sinterização. (b) No resfriamento, partículas de $ZrO_2$ próximas à superfície livre geram através da limitação de movimento uma tensão compressiva na matriz. (c) Devido aos tratamentos superficiais, preferencialmente usinagem e jateamento [63].	35
Figura 10 - Diagrama de equilíbrio de fases no sistema $Al_2O_3 - ZrO_2$ [31].	37
Figura 11 – Ilustração do movimento das esferas no interior do cadinho de moagem [49].	39
Figura 12 – microestrutura dos pós cerâmicos durante a compactação [37].	40
Figura 13 – Defeitos no compacto a verde [37].	41
Figura 14 – Transmissão de pressão ao longo de uma peça em formação [39].	42
Figura 15- Ilustração da sinterização de pós compactados: (a) pó inicial, (b) coalescência de grãos, (c) Interface de grãos e fechamento da porosidade [14].	43
Figura 16 – Representação esquemática do ensaio de dureza Vickers [53].	45
Figura 17 - Distância entre as indentações Vickers conforme norma ASTM C-1327-15 [54].	45
Figura 18 - Indentações Vickers de acordo com a norma: (a) aceitáveis e (b) não aceitáveis [54].	45
Figura 19 – Curvas de tensão versus deformação de um material frágil e um dúctil [55].	46
Figura 20 – Comparação dos sistemas de trincas ao redor de impressão Vickers [59].	49

Figura 21 – Desenho esquemático do sistema IF [37].....	50
Figura 22 – Gráfico esquemático da curva-R crescente [37]. .....	51
Figura 23 – Viga submetida a flexão pura [53]. .....	52
Figura 24 – Diagrama tensão x deformação no modo de carregamento de amplitude constante. (a) Carregamento cíclico alterna entre $\sigma_{\min}$ e $\sigma_{\max}$ , respectivamente, negativo e positivo de igual magnitude, $\sigma_m = 0$ ; (b) há uma tensão média, $\sigma_m \neq 0$ e $\sigma_{\min} \neq \sigma_{\max}$ ; e (c) ciclo mínimo nulo, $\sigma_{\min}$ $= 0$ e $\sigma_m \neq 0$ [50]. .....	54
Figura 25 – Representação dos estágios de falha por fadiga [67]. .....	56
Figura 26 - Representação do surgimento de microtrincas através da movimentação de planos de escorregamento [52]. .....	57
Figura 27 – Elementos de nucleação de trincas [53]. .....	57
Figura 28 – Os três modos de fratura (a) modo I, (b) modo II e (c) modo III [68]. .....	59
Figura 29 – Perfil esquemático de seção transversal mostrando a propagação de trincas (a) transgranular e (b) intergranular [14]. .....	59
Figura 30 – Exemplo didático de experimento do método da escada modificado [73]. .....	61
Figura 31 – Distribuição de t-Student [72]. .....	63
Figura 32 – Distribuição chi-Quadrada [72]. .....	64
Figura 33 – Fluxograma de atividades desenvolvidas na pesquisa. ....	73
Figura 34 – Balança digital de precisão utilizada. ....	75
Figura 35 – (a) Moinho de atrito de alta energia da Universidade de Brasília, (b) recipiente de moagem e mistura de pós cerâmicos e (c) painel de controle dos parâmetros. ....	76
Figura 36 - Prensagem uniaxial do pó cerâmico [47]. .....	77
Figura 37 – Gráfico de sinterização dos corpos de prova. ....	77
Figura 38 - (a) Representação esquemática das condições de teste; (b) Diagrama de corpo livre; (c) Diagrama de momentos fletores para as condições do teste, (d) Diagrama simplificado de esforços internos, e) Diagrama de esforços cortantes (DEC). .....	83
Figura 39 – Distribuição de grãos ao longo do corpo de prova da composição C (85% $\text{Al}_2\text{O}_3$ e 15% ZrI), destacando a alumina como fase escura e a zircônia com fase clara .....	87
Figura 40 – Micrografias obtidas por MEV dos compósitos (a) A, (b) B, (c) C, (d) D e (e) I, destacando a alumina como fase escura e a zircônia com fase clara .....	87
Figura 41 – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição A (95% $\text{Al}_2\text{O}_3$ / 5% ZrI). .....	89

Figura 42 – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição B (90% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 10% ZrI).....	90
Figura 43 - Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição C (85% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 15% ZrI).....	90
Figura 44 – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição D (80% Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> / 20% ZrI).....	91
Figura 45 — Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição I (100% ZrI).....	92
Figura 46 – Gráfico do comportamento percentual entre os elementos e entre os valores esperados e os obtidos na análise de EDS. ....	94
Figura 47 – Análise química da composição A, onde se observa: (a) espectro EDS da composição A e (b) mapeamento dos elementos presentes.....	95
Figura 48 – Análise química da composição B, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes. ....	95
Figura 49 – Análise química da composição C, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes. ....	96
Figura 50 – Análise química da composição D, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes. ....	96
Figura 51 – Análise química da composição I, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes. ....	97
Figura 52 - Resultado da difratometria de raios-X.....	98
Figura 53 – Refinamento de Rietveld.....	99
Figura 54 – Parâmetro de rugosidade Ra e Rz das superfícies dos corpos de prova.....	101
Figura 55 – Picos e Vales das superfícies dos corpos de prova .....	101
Figura 56 – Mapeamento 3D da superfície de rugosidade dos corpos de prova polidos, onde: (a) Corpo de prova A ;(b) CP B, (c) CP C e (d) CP D. ....	102
Figura 57 – Histograma do módulo de Elasticidade.....	103
Figura 58 – Histograma da dureza Vickers nas amostras.....	104
Figura 59 – Indentação Vickers, mostrando: (a) indentação com microtrincas na composição B e (b) indentação com microtrincas na composição I. ....	105
Figura 60 – Dureza versus tenacidade a fratura .....	106
Figura 61 – Indentação Vickers e as trincas produzidas no corpo de prova do compósito I .	108
Figura 62 – Pontos experimentais de tensão máxima obtidos com o método da escada modificada para: (a) compósito A e (b) compósito D. ....	110

Figura 63 – Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova A e D. ....	113
Figura 64 – Perfil 3D representativo das superfícies dos corpos de prova (a) A e (b) D. ....	114
Figura 65 – Imagens do MEV das superfícies de fratura dos Compósitos A (a), (b) e D (c), (d). .....	115

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Propriedades de biomateriais comerciais de alumina / Óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e padrão da ISO-6474 [37,38]. .....	30
Tabela 2 - Propriedades de marcas comerciais de Y-TZP e requisitos da norma ASTM F 1873 [37, 40, 44].....	33
Tabela 3 – Densidade, rugosidade e limite de resistência a fadiga encontrada por Scherrer, s. S. Et al [80]. .....	68
Tabela 4 – Composição do pó de acordo com o fabricante [85]. .....	74
Tabela 5 – Composição nas preparações dos corpos de prova.....	74
Tabela 6 – Densidade teórica dos pós-partida utilizados no trabalho .....	78
Tabela 7 – Densidade teórica dos compostos .....	78
Tabela 8 – Equações utilizadas para determinação da tenacidade a fratura .....	81
Tabela 9 – Densidade relativa dos corpos de prova após sinterização.....	85
Tabela 10 – Retração linear dos corpos de prova .....	86
Tabela 11 - Tamanho médio dos grãos de Alumina e Zircônia.....	88
Tabela 12 – Frequências dos tamanhos de grãos de alumina por composição.....	92
Tabela 13 - Frequências dos tamanhos de grãos de zircônia por composição. ....	93
Tabela 14 – Estimativa da porcentagem em peso dos elementos em um compósito e o resultado da análise de EDS. ....	94
Tabela 15 – Análise quantitativa das fases presentes obtidas pelo método de Rietveld .....	98
Tabela 16 – Parâmetros de rugosidades das superfícies como sinterizadas .....	100
Tabela 17 – Parâmetros de rugosidades das superfícies polidas .....	100
Tabela 18 – Módulo de elasticidade e desvio padrão. ....	102
Tabela 19 – Dureza Vickers nos compósitos.....	104
Tabela 20 – Razão $c/a$ e tipo de trinca.....	105
Tabela 21 – Tenacidade à fratura das CP's. ....	106
Tabela 22 – Resultados do ensaio de flexão em 4 pontos. ....	109
Tabela 23 – Limites de resistência a fadiga dos compósitos A e D para o material como sinterizado.....	110

**LISTA DE QUADROS**

Quadro 1 – Biomateriais e suas utilizações, vantagens e desvantagens.....	25
---	----

**LISTA DE SÍMBOLOS E ABREVIATURAS**

g	Gramma
kg	Quilograma
kgf	Quilograma-força
nm	Nanômetro
µm	Micrometro
mm	Milímetro
cm	Centímetro
m	Metro
%p	Porcentagem em peso
°	Grau
°C	Grau Celsius
°K	Grau Kelvin
HV	Dureza vickers
F	Força aplicada
MPa	Mega pascal
GPa	Giga pascal
hz	Hertz
N	Newton
s	Segundo
min	Minuto
rpm	Rotação por minuto
R	Razão
Nc	Número de ciclos
Nf	Vida em fadiga
Pr	Percentual de replicação

**Abreviaturas**

CP	Corpo de prova
DRX	Difratometria raios x
EDS	Espectroscopia de energia dispersiva
MEV	Microscopia eletrônica de varredura

Mg	Magnésio
PSZ	Zircônia parcialmente estabilizada
t-m	Transformação martensítica
TSZ	Zircônia totalmente estabilizada
Y-TZP	Zircônia totalmente estabilizada por itria
ZrI	Zircônia estabilizada com itria e céria e reforçado com plaquetas de alumina
ZTA	<i>Zirconia toughened alumina</i> ou alumina tenacificada por zircônia
psint	Massa específica da cerâmica sinterizada
ASTM	<i>American standart for testing materials</i>
ISO	<i>International standart organization</i>

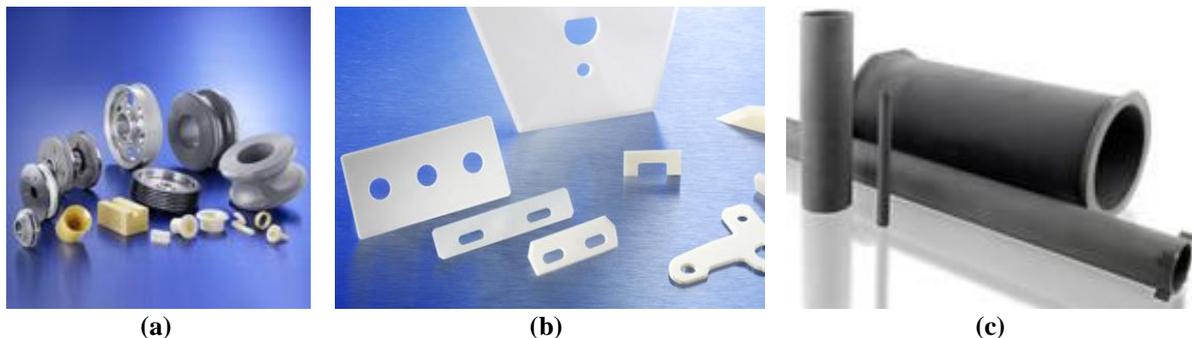
## 1 INTRODUÇÃO

A biomecânica está relacionada ao uso de métodos mecânicos para o estudo da função e dos movimentos dos sistemas biológicos e tem sido utilizada em projetos de implantes ortopédicos, sendo amplamente usada na avaliação da função e do desempenho de biomateriais, compatíveis para emprego no corpo humano [1,2].

Nos últimos anos, os biomateriais têm experimentado um crescimento considerável, surgindo como inovação com o uso de materiais cerâmicos para este fim, especialmente a zircônia [3-13].

Os materiais cerâmicos são compostos que unem elementos metálicos e não metálicos, tendo propriedades como estabilidade química, alto ponto de fusão, alta resistência à abrasão e boas propriedades mecânicas. Contudo, os materiais cerâmicos são duros e quebradiços, sendo assim importante estudar a resistência a fadiga desse material [14].

Os materiais cerâmicos têm sido utilizados em diversas aplicações, tais como ferramentas auxiliares de trefilação para a fabricação de arames, ferramentas de corte de alto desempenho ou tubos de carbetto de silício utilizados para uma variedade de diferentes usos industriais. Como mostra a Figura 1.



**Figura 1 – Exemplos de aplicações de materiais cerâmicos. (a) Ferramentas auxiliares de trefilação, (b) peças cortadas por ferramentas de alto desempenho de corte, (c) tubos de carbetto de silício [15].**

Outra aplicação de materiais cerâmicos que vem sendo utilizada, como dito anteriormente, são os biomateriais, sendo a Zircônia uma biocerâmica promissora na bioengenharia devido a sua biocompatibilidade. Souza et al. (2013) realizaram um estudo do comportamento da cerâmica  $ZrO_2$  dopadas com  $Y_2O_3$  a 3%, afim de avaliar a resistência a fadiga cíclica dessa cerâmica para sistemas de implantes dentários [16].

Componentes cerâmicos para aplicações estruturais são geralmente submetidos a operações contínuas, com aplicações de carga de formas variadas [17]. Apresentam altos valores

de dureza e baixa tenacidade à fratura. A falha sob condições de fadiga em cargas muito menores que a resistência a fratura é um fenômeno comum em cerâmicas [18,19], o que restringe seu uso em diversas aplicações. A resistência a fadiga de cerâmicas tem sido recentemente alvo de um número crescente de pesquisas, devido à grande demanda por seu uso em implantes ortopédicos, que sofrem cargas cíclicas quando usados como hastes femorais e materiais dentários [20-22].

O compósito cerâmico alumina-zircônia ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ) tem sido objeto de estudos devido à possibilidade de aumento da resistência ao desgaste e a fadiga, em comparação à tradicional zircônia estabilizada com ítria. Nesse trabalho será investigada a influência da adição do pó comercial a base de zircônia estabilizada com ítria e céria e reforçado com plaquetas de alumina nas propriedades mecânicas estáticas e da vida em fadiga do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ .

## 1.1 OBJETIVOS

### 1.1.1 Objetivo geral

A pesquisa tem como objetivo geral avaliar a influência do teor do compósito de zircônia dopada com ítria e céria reforçado com plaquetas de alumina nas propriedades mecânicas e na vida em fadiga de compósitos cerâmicos  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ .

### 1.1.2 Objetivos específicos

- Realizar um levantamento bibliográfico no que diz respeito a materiais cerâmicos, metalurgia do pó e assuntos relacionados.
- Realizar a caracterização quanto a sua microestrutura e superfície dos CP's por densidade relativa difratometria raios-X (DRX), microscopia eletrônica de varredura (MEV), espectroscopia de energia dispersiva (EDS), rugosidade.
- Realizar a caracterização quanto as propriedades mecânicas dos CP's por módulo de elasticidade, dureza Vickers, tenacidade a fratura.
- Realizar os testes de flexão afim de determinar a tensão de resistência a flexão dos materiais.
- Realizar ensaios de fadiga e apresentar um valor estimado de limite de resistência a fadiga do material.

## 1.2 METODOLOGIA

Inicialmente o trabalho parte de uma pesquisa bibliográfica onde foi proporcionado conhecimentos sobre o tema desenvolvido e sobre assuntos relacionados que são importantes. Nessa pesquisa foi feita uma análise sobre biomateriais e biocerâmicas, cerâmicas de alumina e de zircônia, compósitos alumina-zircônia, metalurgia do pó e fadiga de materiais.

A partir do estudo teórico sobre o tema desenvolvido foram preparados os corpos de prova e realizados ensaios experimentais com o intuito de determinar qual é a influência nas propriedades mecânicas quando a zircônia dopada com ítria e céria reforçado com plaquetas de alumina é adicionada no compósito cerâmico alumina – zircônia ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ ).

Foram preparadas misturas de pós cerâmicos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e de  $\text{ZrO}_2 - 6\text{-}10\% \text{p} \text{Y}_2\text{O}_3 + \text{CeO}_2$ . As misturas foram compactadas, sinterizadas, lixadas e polidas. A microestrutura dos corpos de prova foi caracterizada por meio de difratometria de raios-X, densidade relativa e microscopia eletrônica de varredura (MEV). E suas propriedades mecânicas calculadas por dureza Vickers, módulo de elasticidade, tenacidade a fratura, teste de flexão e teste de fadiga.

## 1.3 ESTRUTURA DO TRABALHO

O presente trabalho foi dividido em cinco capítulos. O primeiro capítulo apresenta de forma concisa sobre as biocerâmicas, suas aplicações e problemas que são necessários estudos para melhoria de suas propriedades mecânicas. O capítulo ainda apresenta quais os objetivos seguidos.

No segundo capítulo o objetivo é esclarecer termos técnicos, realizar uma contextualização sobre a alumina e a zircônia, entender sobre o processamento dos pós cerâmicos e propriedades mecânicas a serem realizadas nos corpos de prova.

O capítulo três vem com a descrição de quais materiais foram usados e suas composições, como foram confeccionados os corpos de prova, como as características microestruturais e mecânicas foram observadas e calculadas, respectivamente. Este capítulo ainda traz todos os parâmetros utilizados para cada parte da metodologia experimental.

O quarto capítulo traz os resultados e a discussão a respeito dos resultados das caracterizações microestruturais e dos testes experimentais.

As considerações finais são apresentadas no quinto capítulo, de modo que se faça uma análise de resultados a partir de uma visão sistêmica, com o conhecimento dos conceitos e resultados.

## 2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

### 2.1 CONTEXTUALIZAÇÃO: BIOMATERIAIS E BIOCERÂMICAS

Os biomateriais tem sido utilizados expressivamente devido as suas propriedades estruturais e terapêuticas, a perda de qualquer parte do corpo gera transtornos psicológicos e sociais e os biomateriais tem vindo como aliado para a substituição ou reparo de partes do corpo restabelecendo as funções parciais ou totais do órgão substituído.

No entanto, nem todos os materiais são adequados a serem aplicados como biomateriais, alguns apresentam as propriedades mecânicas necessárias à aplicação, contudo não são biologicamente aceitáveis, por exemplo alguns materiais metálicos possuem as funções estruturais necessárias, porem corroem-se rapidamente causando assim a ruptura do implante e uma possível complicação médica. Então, esses materiais precisam ser analisados detalhadamente afim de que se evite problemas futuros eliminando riscos inerentes a sua aplicação. Para isso é necessário a pesquisa, desenvolvimento teórico e tecnológico, produção e ensino para cada biomaterial [23].

Segundo Bugarin Júnior e Garrafa (2006) “Biomaterial é definido, em sentido amplo, como qualquer material farmacologicamente inerte capaz de interagir com um organismo vivo, não induzindo reações adversas no sítio de implantação ou mesmo sistemicamente”. Ou seja, um biomaterial tem que apresentar uma resposta especifica para a situação a qual foi designado, devendo ser aceito pelos tecidos próximos e as demais partes do corpo, além de desempenhar sua função estrutural [23].

Devido a agressividade físico-químico do meio biológico o material tem que ser adequadamente selecionado, para que não ocorra nenhum tipo de rejeição no corpo. E que as rejeições podem ser de dois tipos: “a primeira é uma resposta local, produzida nas imediações do implante, ocasionando uma inflamação dos tecidos adjacentes, que se manifesta com hematomas e fortes dores; a outra resposta é chamada remota e repercute em outras partes do corpo, ocasionando infecções” [24].

Os materiais podem ser classificados quanto a sua origem, e podem ser biológicas ou sintéticas. Os derivados de animais ou vegetais são os biomateriais de origem biológica, já os sintéticos podem ser subdivididos em metais, polímeros, cerâmicos e compósitos [25]. O Quadro 1 apresenta a divisão quanto a origem, utilização, características, vantagens e desvantagens.

**Quadro 1 – Biomateriais e suas utilizações, vantagens e desvantagens [26].**

<b>Origem</b>	<b>Materiais</b>	<b>Utilização</b>	<b>Características</b>	<b>Vantagens</b>	<b>Desvantagens</b>
Biológico	Material biológico	Complementos de tecidos moles, reposição de membranas	Excelente relação na recuperação e auto reconstrução do órgão	Recuperação funcional de tecidos e órgãos	Disponibilidade
Sintético	Polímero	Válvulas Cardíacas, Cate- teres, Implan- tes oculares	Biodegradáveis e reabsorvíveis	Plasticidade e resiliência	Se deforma com o uso
	Cerâmica	Implantes Es- truturais e re- cobrimentos	Boa reposição e adesão óssea	Boa resistên- cia em esfor- ços de com- pressão	Material frágil
	Compó- sito	Componentes dentários e or- topédicos	Propriedades mecânicas	Boa resistên- cia a esfor- ços e baixo peso	Dificuldade de processamento
	Metal e liga	Articulações, pinos e para- fusos	Condutividade elétrica	Boa resistên- cia mecânica	Elevada densidade e baixa resistência à corrosão

Os implantes com biomateriais são geralmente adicionados ao esqueleto humano em suturas, correções de deformidades, reestabelecimento de funções originais do corpo, e os dispositivos mais utilizados são placas ósseas, parafusos, articulações e união de tendões e ligamentos. Dentro desse contexto, o objetivo da engenharia para implantes ortopédicos é permitir a integração entre uma prótese e o sistema ósseo remanescente, de modo que a funcionalidade seja mantida, suportando as características bioquímicas e dinâmicas do corpo humano [27].

Como mostra a Figura 2 para chegar ao produto final são várias etapas envolvidas, estas incluem identificação da necessidade, desenvolvimento do material, síntese do material, testes e outros.

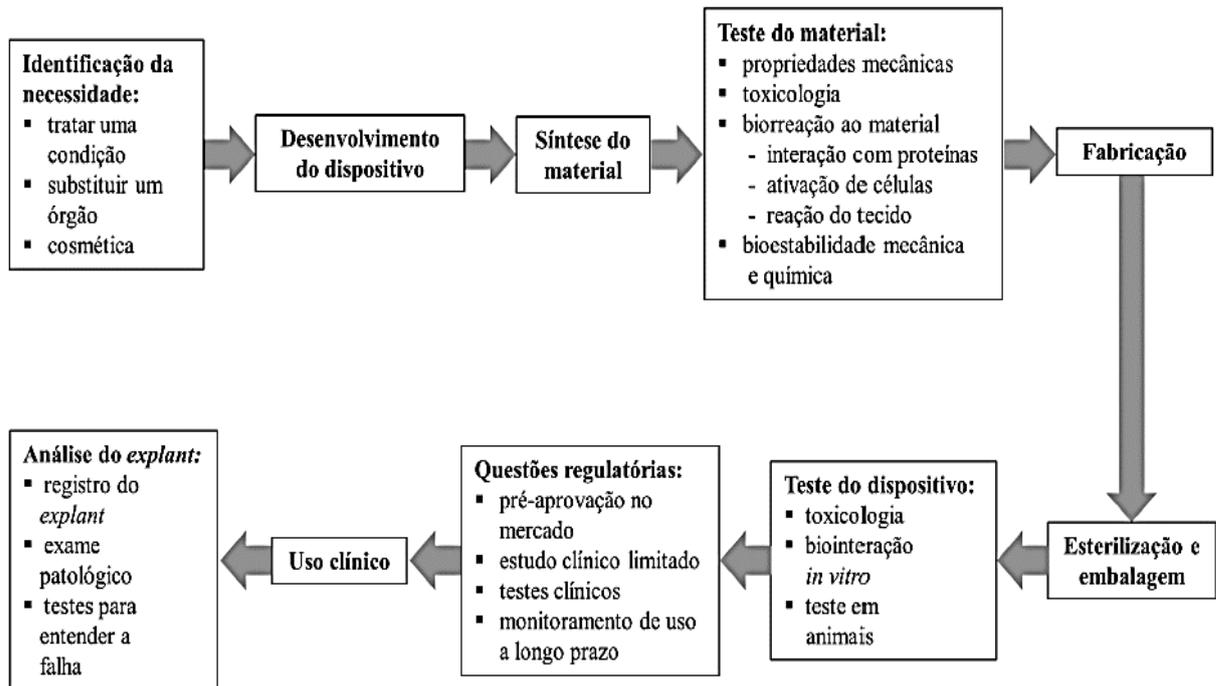


Figura 2 - Etapas do ciclo de vida de um biomaterial [28].

Pires, Bierhalz e Moraes (2015) apud (Dee, Puleo e Bizios, 2002) explicam que sob uma perspectiva química, a cerâmica é um composto inorgânico que une por ligações iônicas e/ou covalentes, elementos metálicos e não metálicos. Nesse tipo de ligação, os elétrons não estão livres, mas localizados entre íons/átomos, com isso as cerâmicas tendem a ter baixa condutividade elétrica e térmica. As cerâmicas apresentam boa estabilidade dimensional, resistência ao desgaste, compressão e ambiente ácidos. No entanto, como acrescenta Ramakrshna et al. (2001) as cerâmicas são duras, quebradiças e suscetíveis a fratura, com pouca ou nenhuma deformação plástica. Tem alta resistência a compressão e são quebradiças, além de serem difíceis de fabricar e possuir baixa confiabilidade mecânica e alta densidade [28].

Atualmente, o termo cerâmica tomou um sentido mais amplo, devido a um progresso nos estudos sobre esse material e uma ressignificação da sua natureza material e os fenômenos que ocorrem, e agora elas são utilizadas nas mais diversas áreas, como construção civil, componentes eletrônicos, equipamentos aeroespaciais ou produtos médicos [14].

Os biomateriais cerâmicos, também conhecidos por biocerâmicas, possuem diversas vantagens, como a sua boa biocompatibilidade, possuindo elementos que são normais ao ambiente biológico, são materiais que favorecem a integração com o osso e são materiais parecidos

com o componente material do osso, ampliando suas aplicações. Contudo, devido as suas propriedades mecânicas, o seu emprego é limitado a aplicações que não devem suportar cargas [24].

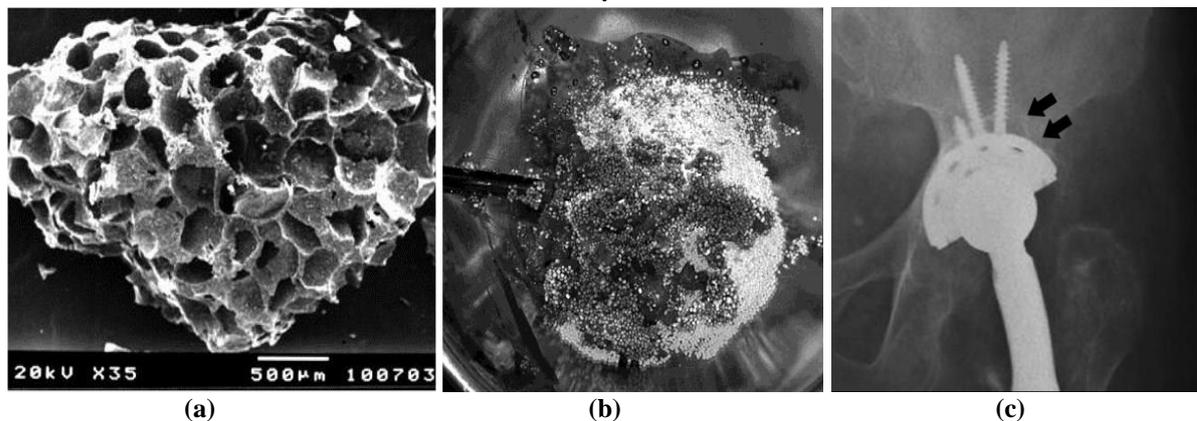
As biocerâmicas podem ser classificadas segundo a sua interação com o tecido hospedeiro como bioinertes, bioativas e bioreabsorvíveis [24].

- **Bioinertes:** Mantem suas propriedades físicas e mecânicas quando implantadas, são bem toleradas pelo organismo e não provocam resposta dos tecidos, são exemplos de biocerâmicas bioinertes a alumina e a zircônia.

- **Bioativas:** Interagem com o tecido circundante, estimulando a cura e o sistema tissular a responder o material como se fosse um tecido natural, nesta classe destacam-se a hidroxiapatita, os biovidros e as vitrocerâmicas.

- **Bioreabsorvíveis:** Participam do processo metabólico do organismo e apresentam a característica de sofrerem degradação por ações químicas ou biológicas, sendo lentamente substituídas por células em crescimento, é exemplo de material nesta classe o fosfato tricálcico.

A Figura 3 apresenta exemplos de aplicações de biocerâmicas, a primeira mostra o aspecto de um grânulo de hidroxiapatita observado em MEV mostrando uma arquitetura porosa, aberta, favorável a deposição de osso novo; a segunda é uma imagem pré operatória de grânulos de um biocerâmico composto (hidroxiapatita reforçada com um biovidro) misturados com medula óssea do doente; em seguida, uma imagem pós-operatório do uso deste composto no preenchimento de uma perda de substância óssea acetabular (setas).



**Figura 3 - Exemplos de aplicações de biocerâmicas: (a) aspecto de um grânulo de hidroxiapatita; (b) imagem pré-operatória de grânulos de um biocerâmico composto; (c) imagem pós-operatório do uso de material biocerâmico [29].**

## 2.2 CERÂMICAS DE ALUMINA

A primeira utilização comercial da alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) foi em 1907, quando uma patente descrevia a sua produção como material cerâmico, no entanto, foi somente entre as décadas de 1920 e 1930 que a produção em maior escala foi iniciada na produção de equipamentos de laboratório. Com o passar dos anos e o constante avanço da tecnologia, houveram melhorias e por consequência um aumento progressivo da utilização dessa cerâmica.

Encontrada na crosta terrestre, a alumina é um óxido derivado de mineral aluminossilicatos, ou seja, compostos de alumínio, silício e oxigênio. Ele pode ser obtido por calcinação da bauxita refrataria ou por sua dissolução em hidróxido de sódio [30].

A Figura 4 representa a estrutura cristalina hexagonal compacta da  $\alpha$ -alumina, com íons de alumínio ocupando interstícios octaédricos. Cada íon está próximo de íons de oxigênio equidistantes, as camadas A e B contêm íons de oxigênio e a camada C, íons de alumínio.

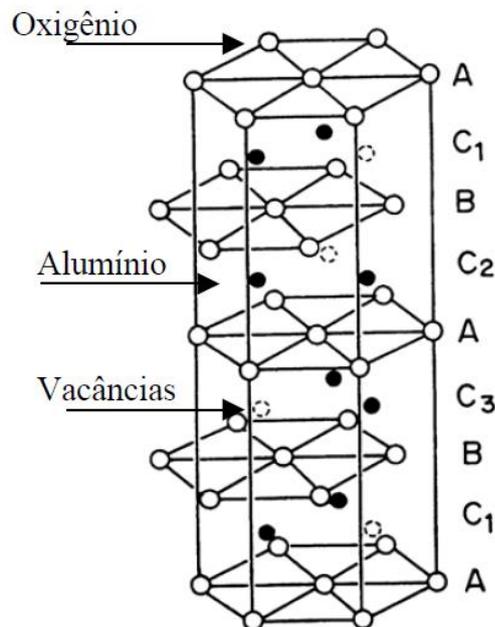


Figura 4 – Estrutura cristalina hexagonal da  $\alpha$ -alumina [31].

A  $\alpha$ -alumina ( $\alpha$ -  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) é sua fase mais estável e é considerada um típico representante das cerâmicas estruturais devido as suas propriedades mecânicas notáveis, tais como: alta dureza, resistência ao desgaste, resistência ao ataque químico, resistência a corrosão ao ar e estabilidade termodinâmica. E somente os óxidos de zircônio e tório são comparáveis na resistência compressiva [31].

Contudo, a alumina apresenta uma grande fragilidade e baixa tenacidade a fratura, além da suscetibilidade ao choque térmico e mecânico. Quando a temperatura é aumentada acima de 1000 °C, seu módulo de elasticidade é afetado, ocorrendo solicitações inelásticas e possíveis deslizamentos dos planos cristalinos. A dureza mais alta conhecida entre os materiais cerâmicos é a da alumina, e os fatores que induzem a essa dureza são o tamanho dos grãos, composição e temperatura de sinterização [26].

Para aplicações biomédicas que exijam propriedades mecânicas como inercia, a  $\alpha$ -alumina policristalizada é o biomaterial que tem mais aceitação devido a sua boa resistência a corrosão, biocompatibilidade, resistência ao desgaste, resistência mecânica à compressão e rigidez [25].

A alumina pura quando sinterizada apresenta em sua microestrutura poros intragranulares, além de um crescimento anormal do grão, diminuindo os valores de suas propriedades mecânicas e reduzindo sua funcionabilidade. Para que isso não ocorra, são utilizados aditivos a sinterização afim de atenuar esses defeitos apresentados. Podem ser usados nesse processo óxidos de magnésio, de níquel, de ferro, de titânio, de silício, de nióbio, de lantânio e de ítrio [32-35].

Assis (2008) apud (Gitzen, 1993) explica que para conferir as propriedades específicas ao corpo sinterizado são utilizados aditivos e dentre os objetivos de aditivos de sinterização, ressaltam-se [31]:

- Alteração na porosidade;
- Inibição do crescimento de grãos;
- Aceleração do crescimento de grãos;
- Remoção de impurezas;
- Redução da temperatura para a sinterização;
- Aumento da taxa de sinterização;
- Mudanças nas propriedades físicas e químicas.

A Tabela 1 apresenta as propriedades de biomateriais comerciais de alumina, bem como os padrões da *International Standart Organization* ISO-6474, que quando comparadas a outras cerâmicas avançadas possui valores baixos para resistência a tração, flexão, impacto e choque térmico [36,37].

**Tabela 1 - Propriedades de biomateriais comerciais de alumina / Óxido de alumínio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) e padrão da ISO-6474 [37,38].**

<b>Propriedades</b>	<b>Implantes cerâmicos de alumina comerciais</b>	<b>ISO-6474</b>
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%)	> 99,7	> 99,5 %
SiO + Na <sub>2</sub> O (Outros óxidos) (%)	< 0,02	< 0,1
Densidade (% g/cm <sup>3</sup> )	≥ 3,97	≥ 3,94
Porosidade (%)	< 0,1	-
Tamanho médio do grão (µm)	3,6	≤ 4,5 µm
Resistência a flexão (MPa)	> 500	> 450 MPa
Resistencia a compressão (MPa)	4.100	
Módulo de Elasticidade (GPa)	380	
Tenacidade a fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	4 - 6	
Dureza (GPa)	22	

A primeira aplicação clínica de uma prótese total de quadril foi reportada em 1971, contudo em 1981, o mesmo autor reportou 1330 casos, contendo 6 fraturas de esferas, 4 fraturas de conexões e 7 casos com desgastes severos. A taxa de desgastes observadas foram de 5 a 9 µm ao ano. A taxa de desgaste de bolas de alumina versus bolas metálicas tem sido feita afim de se comparar as taxas de desgaste. Há uma diversidade de dados, mas no geral a taxa de desgaste das bolas de alumina é muito menor quando comparada as metálicas. Moraes (2004) apud Dörre (1991) apresentou resultados de taxas de desgastes de 16 anos para a combinação da liga Co-Cr-Mo/UHMWPE, a taxa obtida foi de 200 µm/ano, enquanto a alumina/ UHMWPE foi de 20 a 130 µm/ano. Tais diferenças se dão devido as propriedades da alumina como sua pequena rugosidade superficial, dureza e alta energia de superfície [37].

### 2.3 CERÂMICAS DE ZIRCÔNIA

A zircônia tem sido utilizada em diversas áreas devido as suas propriedades, por exemplo devido as suas boas propriedades de resistência mecânica, dureza e resistência a corrosão química, elas são adequadas para aplicações industriais e/ou médicas. A zircônia possui também propriedades refratárias permitindo a utilização na fabricação de sensores de gases, especialmente os de alta temperatura. Pode ser utilizada também na confecção de joias uma vez que

sua forma mineral encontrada na natureza, sendo a zircônia cúbica a mais conhecida por ser a imitação de aparência mais semelhante à do diamante [39].

A zirconita é o mineral mais comum e o mais utilizado que contém zircônia. Grandes depósitos são encontrados na Austrália, Estados Unidos, Índia, Malásia, Brasil, China, África do Sul, Sri Lanka, Tailândia e Rússia. A maior parte da zircônia produzida é proveniente da decomposição do minério, ou seja, processamento químico ou térmico [40].

A zircônia apresenta vantagens em relação a alumina, embora ambas sejam inertes em meio fisiológico, a zircônia se sobressai devido a sua maior resistência a flexão, maior tenacidade à fratura e menor módulo de elasticidade.

O dióxido de zircônio ( $ZrO_2$ ) ou zircônia possui três formas polimórficas: monoclinica, tetragonal e cúbica, como mostra a Figura 5. Essas estruturas podem sofrer alterações entre elas de acordo com a temperatura, a fase mais estável sob pressão atmosférica da zircônia é a fase cristalina monoclinica que se encontra na temperatura ambiente até  $1170\text{ }^\circ\text{C}$ , a partir dessa temperatura até  $2370\text{ }^\circ\text{C}$  a fase cristalina tetragonal permanece estável, quando então com o aquecimento sofre nova transformação para uma fase de estrutura cristalina cúbica, e assim se mantém até o ponto de fusão, por volta de  $2680\text{ }^\circ\text{C}$ . Sob altas pressões, também se estabelece uma fase de estrutura cristalina ortorrômbica [39].

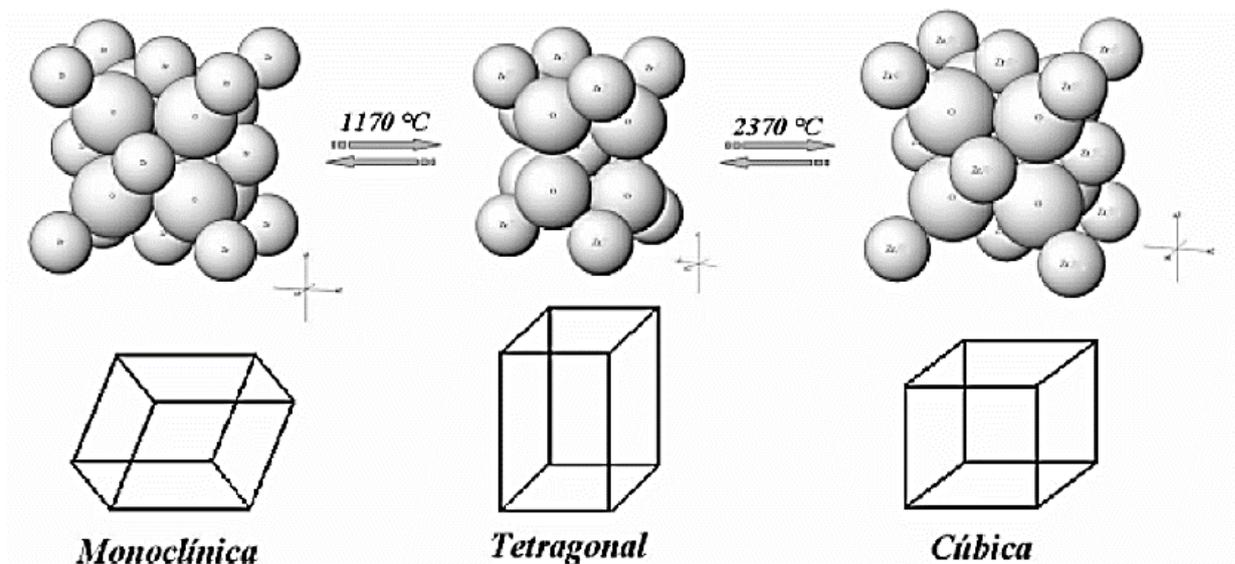


Figura 5 – Formas polimórficas da zircônia sob pressão atmosférica [39].

Um fenômeno observado na transformação de fases da zircônia é a transformação martensítica (t-m), é uma transformação sem difusão que pode ser reversível e vem acompanhada de um aumento de volume. Da fase tetragonal para a monoclinica, há um aumento de volume

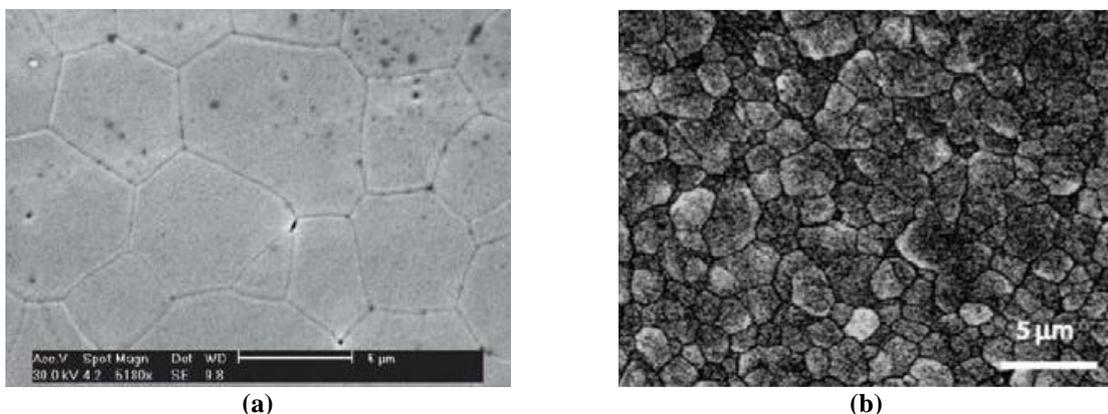
de 3% a 5%, já da fase tetragonal para a cúbica, o aumento de volume varia em torno de 2,5% [41]. Valores que podem exceder o limite elástico dos pequenos grãos de zircônia monoclinica, expandindo o volume e formando microtrincas internas que podem, em casos mais severos, fraturar o material, inviabilizando o uso da zircônia pura [42].

Contudo, é possível estabilizar e manter as fases de alta temperatura a temperatura ambiente adicionando agentes como MgO, CaO, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e CeO<sub>2</sub>. A zircônia parcialmente estabilizada (PSZ) é obtida pela adição de algum desses óxidos em quantidades insuficientes para estabilizar 100% a fase tetragonal ou cúbica, e se adicionarmos uma maior quantidade desses agentes pode-se obter uma fase cúbica totalmente estabilizada (TSZ) que inviabiliza a transformação para a fase monoclinica sob tensão [39].

Além das zircônias reforçadas com algum tipo de agente aditivo, outra modalidade a ser analisada é a de cerâmicas reforçadas pela zircônia, onde a ela é adicionada em uma fase dispersa a outras matrizes, como Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, que é o objeto de estudo do presente trabalho. Quando a zircônia é adicionada a outro tipo de cerâmica a metaestabilidade da fase tetragonal é relacionada ao tamanho da partícula, estrutura e localização intragranular ou intergranular [39].

Assis (2008) acrescenta que em compósitos de alumina-zircônia tetragonal há um aumento na tenacidade a fratura e da tensão de ruptura da matriz, quando a adição de zircônia é de até 18%, se adicionado mais os valores das propriedades mecânicas são reduzidos [31].

Uma das formas de se obter uma fase tetragonal metaestável é adicionando ítria (Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) em baixa concentração ao dióxido de zircônio (ZrO<sub>2</sub>), obtendo-se até 98% de metaestabilidade como mostra a Figura 6 [31,42,45].



**Figura 6 – Microestrutura da (a) zircônia totalmente estabilizada por ítria, (b) zircônia tetragonal policristalina estabilizada por Ítria [39].**

A zircônia quando é estabilizada por ítria (Y-TZP) melhora significativamente suas propriedades físicas, mecânicas e térmicas podendo ser utilizadas como biomaterial em diversas

aplicações médicas que exigem uma boa resistência mecânica, tenacidade à fratura, dureza e resistência ao desgaste. A Tabela 2 relaciona propriedades de dois tipos de zircônias dopadas com ítria e os requisitos exigidos pela norma ASTM F 1873, norma que especifica as características e a regulamentação de como os testes de materiais cerâmicos substitutos ao osso fundamentado em zircônia tetragonal estabilizada por ítria para implantes cirúrgicos [43,45].

**Tabela 2 - Propriedades de marcas comerciais de Y-TZP e requisitos da norma ASTM F 1873 [37, 40, 44]**

Propriedades	Valor		
	ProtMat ZrHP	Vita In Ceram YZ	ASTM F1873
Densidade após sinterização (g/cm <sup>3</sup> )	6,05	6,05	≥ 6,00
Módulo de elasticidade (GPa)	205	210	≥ 200
Resistencia a flexão (MPa)	920	> 900	> 800
Tenacidade a fratura (MPa.m <sup>1/2</sup> )	9,15 ± 0,25	5,9	-
Tamanho médio do grão (nm)	400-500	500	≤ 600
Temperatura de sinterização (°C)	1530	1530	-
Dureza Vickers (HV)	1320 ± 70	1200	> 1200

### 2.3.1 Mecanismos de tenacificação

A zircônia vem sendo estudada pelo seu potencial em aumentar a resistência e a tenacidade de materiais cerâmicos devido a utilização de transformação de partículas tetragonais induzida pela presença de um campo de tensões, conhecido como transformação martensítica (t-m). O aumento no volume desenvolvido na transformação t-m ficou conhecido por agir em oposição a trinca.

No entanto, a mesma metaestabilidade termodinâmica que é indispensável para aumentar a tenacidade do material é uma base que causa o fenômeno da degradação à baixa temperatura [46]. Como na fase de transformação t-m há um aumento de volume no material provocando tensões e microtrincas no interior do material, há uma facilitação na penetração acentuada de umidade e o processo de degradação se estende além da superfície para o interior do material, resultando em propagação de trincas, desprendimento de grãos e comprometimento de propriedades mecânicas [42].

### 2.3.1.1 Aumento da Tenacidade Induzido por Tensão

A transformação t-m pode ocorrer quando a zircônia tetragonal metaestável é submetida a um estado de tensão, como os que ocorrem nas vizinhanças da trinca. Quando o material é submetido a uma tensão, os grãos de zircônia que se encontram na ponta de trinca sofrem uma transformação de fase, da tetragonal para monoclinica, essa transformação vem acompanhada de um aumento de volume, criando tensões compressivas nas regiões próximas a extremidade da trinca e atrás dela que tende a fechá-la, dificultando seu crescimento, assim a energia associada a propagação da trinca é dissipada pelas transformações t-m. Esse mecanismo é conhecido como tenacificação por transformação induzida por tensão como demonstra a Figura 7 [42-47].

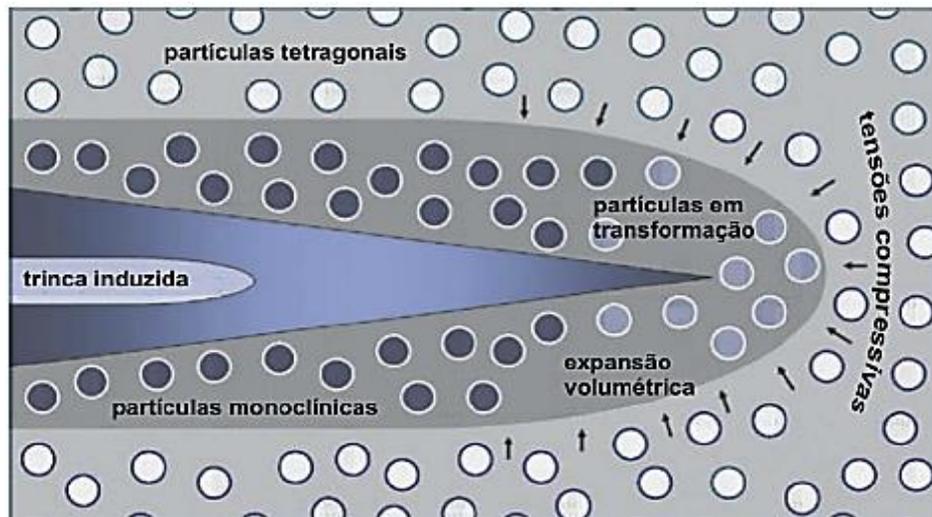


Figura 7 - Ilustração do mecanismo de tenacificação por transformação induzida por tensão [45].

A transformação t-m ocorre associada a propagação de uma trinca. A expansão volumétrica e a deformação cisalhante que ocorre durante a transformação resultam em uma deformação compressiva na matriz, tal tensão é responsável pelo fechamento da trinca e age como uma barreira energética para o crescimento da trinca, requerendo então, uma maior força para propagação da trinca através da microestrutura da cerâmica, aumentando assim a tenacidade e a resistência mecânica [37].

### 2.3.1.2 Microtrincamento

O limite de elasticidade do material pode exceder quando um campo de tensões ao redor da partícula é formado devido ao aumento de volume dessa transformação, conduzindo o

material a formar microtrincas nos contornos dos grãos. O microtrincamento é responsável pelo aumento da energia de absorção durante a propagação de uma trinca. A Figura 8 ilustra como as microtrincas também funcionam como mecanismo reforçador, pois dissipam parte da energia que iria para as trincas maiores e contribuem também com o aumento da tenacidade [39].

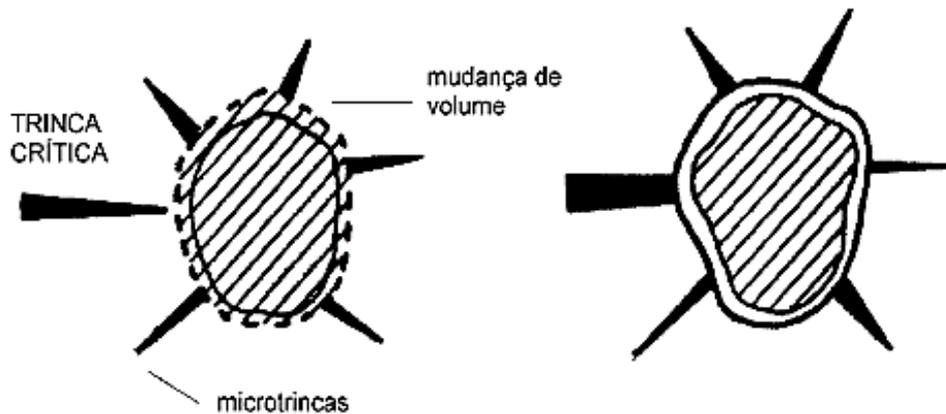


Figura 8 - Mecanismo de tenacificação por microtrincas [43]

### 2.3.1.3 Tensões Superficiais Compressivas

A transformação t-m também é conhecida por gerar camadas superficiais compressivas na zircônia. A usinagem é o método mais eficiente para indução de transformação de partículas, podem ser gerados de 10 a 100  $\mu\text{m}$  de profundidade de tensões compressivas. Pode ser obtido um considerável aumento na resistência a fratura do cerâmico [37]. As camadas compressivas na superfície da zircônia resultam da transformação t-m, como mostra a Figura 9.

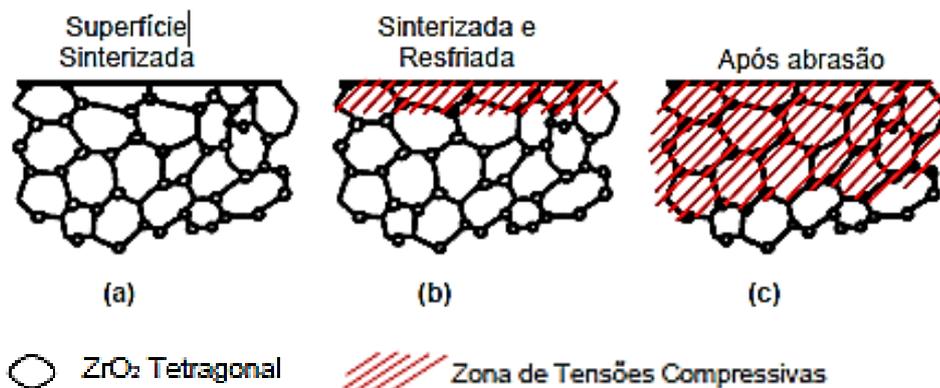


Figura 9 – (a) Diagrama de um corte através de uma superfície livre à temperatura de sinterização. (b) No resfriamento, partículas de  $\text{ZrO}_2$  próximas à superfície livre geram através da limitação de movimento uma tensão compressiva na matriz. (c) Devido aos tratamentos superficiais, preferencialmente usinagem e jateamento [63].

## 2.4 COMPÓSITOS CERÂMICOS DE ALUMINA-ZIRCÔNIA

Materiais cerâmicos que são utilizados sob condições de carregamento e ou ambientais severas precisam de suas propriedades mecânicas melhoradas. A alumina tem sido reforçada com a zircônia (ZTA – *Zirconia Toughened Alumina* ou alumina tenacificada por zircônia) pois sua resistência mecânica é melhorada de forma adequada a aplicação. Este tipo de material tem sido utilizado em implantes médicos devido a sua biocompatibilidade, alta resistência ao desgaste e boa tenacidade, além da sua elevada dureza [43].

A alumina, devido as suas principais propriedades como o elevado módulo de elasticidade, alta resistência ao desgaste e ao ataque químico e estabilidade química a elevadas temperaturas, tem sido muito utilizada como material estrutural. Contudo ela possui suas limitações tais como baixa tenacidade à fratura e baixa resistência à flexão. A fim de reduzir essas limitações pesquisadores concluíram que a adição de pequenas quantidades de zircônia a matriz de alumina melhora sua tenacidade a fratura e resistência a flexão. E quando combinados os dois materiais, eles formam um compósito que apresenta propriedades para diversas aplicações [26].

Assis (2008) explica que o compósito cerâmico alumina-zircônia ( $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ ) é uma matriz de alumina com partículas de zircônia tetragonal, resultando em um aumento da resistência mecânica a flexão, da dureza superficial, da tenacidade a fratura e da resistência mecânica. Essas propriedades são melhoradas porque devido ao baixo coeficiente de expansão térmica da alumina e ao aumento do volume das partículas de zircônia em sua transformação de fases policristalina as partículas de alumina estão sujeitas a campos de tensões compressivas [31].

A Figura 10 representa o diagrama de fases do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2$ . No diagrama observa-se uma pequena região de solubilidade da zircônia na alumina e está localizada em altas temperaturas (1600 °C), sendo que as demais composições químicas resultam apenas em mistura das duas cerâmicas. O ponto eutético está próximo de 1900 °C e a 42,5% em massa de  $\text{ZrO}_2$  [31].

Devido ao alto estado de compressão da microestrutura, os compósitos cerâmicos solidificados direcionalmente no ponto eutético apresentam propriedades mecânicas superiores, resultando em alta resistência ao desgaste e máxima tenacidade a fratura, porém o aumento na tenacidade a fratura implica em diminuição de valores como os de dureza superficial. Portanto, infere-se que a composição da mistura e sua microestrutura são fatores de alta relevância nas propriedades do material [31].

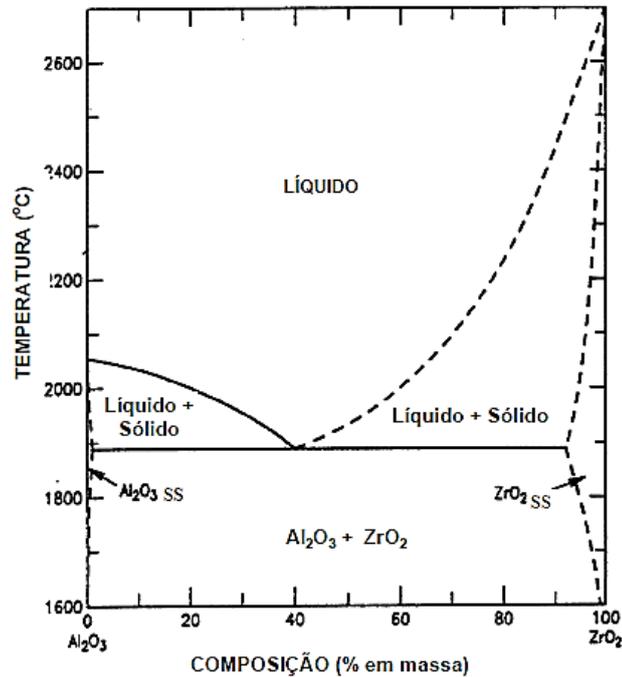


Figura 10 - Diagrama de equilíbrio de fases no sistema Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> [31].

O aumento da tenacidade a fratura no compósito é equivalente a quantidade de zircônia tetragonal que se acrescenta, e há uma relação direta entre tenacidade a fratura, tensão de ruptura e dureza superficial.

Outro fator de grande relevância nas propriedades mecânicas das cerâmicas alumina-zircônia é o tamanho do grão da zircônia que resulta na eficiência da transformação martensítica e no desenvolvimento de microtrincas. Assis (2008) explica que “As propriedades finais de um material dependem do tamanho, da estrutura atômica e da composição química de seus componentes. Por isso, os materiais nano estruturados exibem novas propriedades, devido a um ou mais efeitos relacionados à sua dimensão nanométrica de sua estrutura” [31].

Duvaizem exemplifica que foram estudados compósitos cerâmicos Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – ZrO<sub>2</sub> nanoestruturados, com alumina 99,99 % pura e ZrO<sub>2</sub> estabilizada com óxido de ítrio. Os corpos de prova foram sinterizadas em diferentes temperaturas e as tensões de ruptura obtidas por teste de flexão em 3 pontos. Os melhores resultados foram das cerâmicas sinterizadas a 1425 °C e de 1475 °C. A tensões de ruptura aumentaram em aproximadamente 43 % quando adicionados zircônia a alumina e a tenacidade a fratura aumentou aproximadamente 49 % [48].

## 2.5 PROCESSAMENTO DOS PÓS CERÂMICOS

A finalidade deste item é apresentar as principais etapas do processamento cerâmico que estão relacionadas com este trabalho.

### 2.5.1 Mistura e moagem

São características importantes na obtenção dos corpos de prova a alta pureza dos pós, com partículas de menor tamanho médio possível fazendo com que a área superficial seja maior, refletindo assim em uma maior energia associada ao sistema e menor temperatura na sinterização, obtendo corpos com alta densidade relativa. Pós com a granulometria muito pequena melhoram a resistência mecânica. Contudo formam com facilidade aglomerados que sinterizam mais rápido. Por isso é importante obter uma homogeneidade no tamanho das partículas e também na mistura do compósito [26].

Nesta etapa, forças mecânicas são utilizadas a fim de reduzir os tamanhos das partículas dos componentes cerâmicos. As partículas se reduzem à medida que ocorre o impacto dos corpos moedores contra o material e pelo atrito entre as partículas e as paredes do moinho. Os elementos de moagem são normalmente constituídos de alumina, zircônia ou outros, e a sua carga deve ocupar entre 50 e 80 % do volume total do moinho [37].

O moinho de bolas planetário de alta energia tem se tornado popular para experimentos de moagem e mistura de compostos. Nesse tipo de moinho, o recipiente de moagem, chamado também de cadinho, e disco de suporte giram em sentidos opostos, fazendo com que as forças centrípetas atuem alternadamente. A diferença nas velocidades das bolas e no cadinho produz uma interação entre as forças de fricção e impacto liberando uma alta energia dinâmica. A interação entre essas forças produz o alto e muito eficiente grau de redução de tamanho no moinho de bolas planetário [49, 50].

A Figura 11 ilustra o movimento que o suporte, o cadinho e as esferas de moagem realizam. Este movimento faz com que as esferas permaneçam na parte inferior do cadinho, movimentando-se e provocando colisões entre esferas e entre esferas e parede interna do cadinho, promovendo a moagem do pó [49].

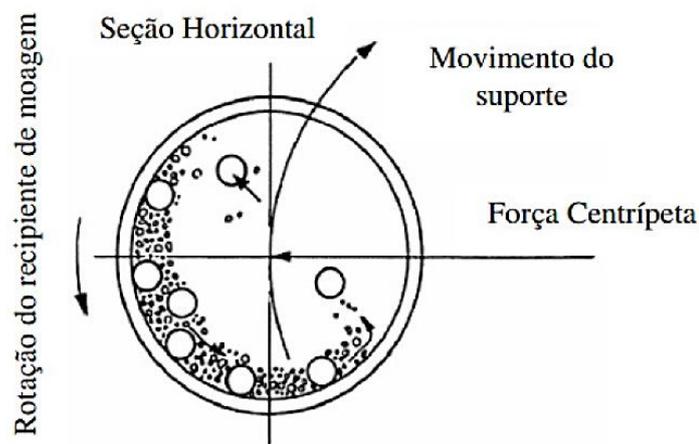


Figura 11 – Ilustração do movimento das esferas no interior do cadinho de moagem [49].

### 2.5.2 Aditivos de Processamento e Compactação

Os aditivos mais utilizados num processamento cerâmico são os ligantes e lubrificantes. Adicionar ligantes ao pó que será compactado é importante para melhorar a adesão das partículas e promover compactos a verde com maior resistência mecânica ao manuseio. Além do ligante, no processo de compactação é importante o uso do lubrificante com a finalidade de reduzir o atrito entre as partículas a parede do molde, diminuindo o desgaste da matriz e a pressão de ejeção. Adicionar tais aditivos ao processo permite que as partículas do pó cerâmico se reorganizem, promovendo também uma melhor distribuição de pressão de forma equivalente durante o processo de prensagem e evita que surjam defeitos como delaminações ou trincas no corpo de prova [51].

A prensagem ou compactação é o processo que dá forma aos CP's. Consiste na compactação do pó em um molde, originando um corpo no formato desejado e com resistência apenas para o manuseio.

O método de prensagem uniaxial a seco é um processo simples e muito utilizado. Consiste em preencher uma matriz, ou molde metálico, com o pó cerâmico com pequeno teor de umidade ou contendo um ligante, e aplicar uma determinada pressão por punção, e então é formado o compacto a verde. Esse tipo de prensagem consiste basicamente em preencher a matriz, compactar e conformar o pó e ejetar o corpo de prova [37].

A compactação deve ser feita com cuidado, afim de se minimizar possíveis defeitos na peça, tais como vazios por falta de material. Para reduzir a porosidade, as partículas devem ficar o mais próximo possível. A pressão aplicada na compactação também deve ser criteriosa, pois

pressões altas introduzem defeitos na microestrutura e pressão baixa não atinge a densidade a verde (densidade antes da sinterização) que o corpo cerâmico necessita [52].

O material da matriz deve possuir elevada dureza e um ajuste deslizante minucioso, a fim de se evitar que partículas do pó cerâmico penetrem entre a parede da matriz e a superfície externa da punção durante a prensagem, promovendo o desgaste prematuro ou defeitos irreversíveis na matriz.

O resultado final da compactação é altamente influenciado pelas características do pó. É importante que o pó cerâmico tenha um bom escoamento a fim de que se obtenha uma densidade uniforme no preenchimento. Quando a densidade de enchimento da matriz for elevada, problemas de compactação são evitados, neste caso, fica diminuída a quantidade de ar entre as partículas, formando um compacto a verde homogêneo [37, 51].

A Figura 12 demonstra os três estágios de compactação de pós cerâmicos, onde o primeiro ocorre a densificação a partir da densidade de enchimento devido ao escorregamento e ao rearranjo das partículas, posteriormente, quando aplicada determinada pressão ocorre a deformação e/ou fratura das partículas reduzindo o volume dos poros intergranulares. E o estágio três ocorre quando os grandes poros começam a desaparecer. Neste estágio a pressão é mais elevada, que leva a uma melhor densificação do corpo cerâmico.

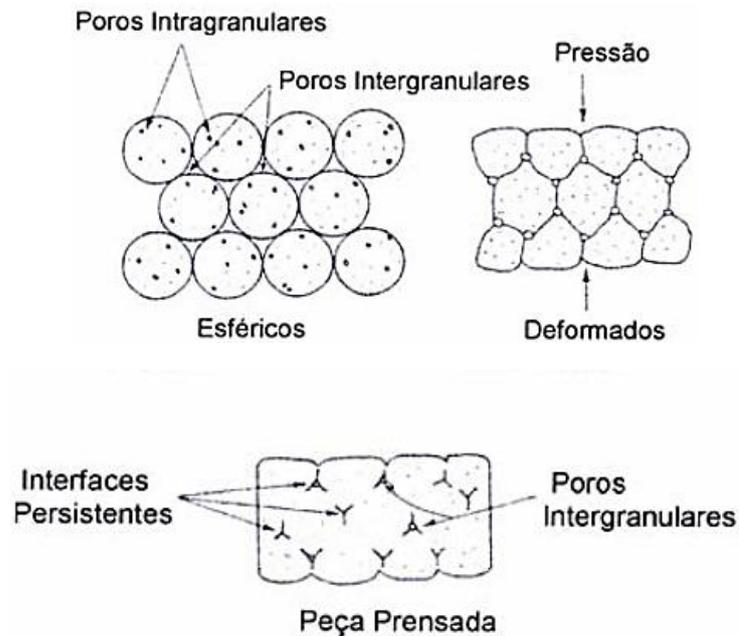


Figura 12 – microestrutura dos pós cerâmicos durante a compactação [37].

Ejetar o compacto a verde do molde metálico pode ser um desafio, segundo Moraes (2004) “Durante a prensagem, a compressão elástica dos grânulos começa no estágio 2 e aumenta no estágio 3. A energia elástica armazenada produz um aumento nas dimensões da peça prensada durante a ejeção, conhecido como efeito mola.”. Devido a este efeito, defeitos podem ser causados no compacto cerâmico [37].

A Figura 13 apresenta os dois principais defeitos em compactos prensados, que são laminação e descolamentos.



Figura 13 – Defeitos no compacto a verde [37].

Um fator que define a qualidade com compacto a verde é o gradiente de pressão e de densidade. Quando uma carga estática é aplicada em uma matriz, durante o processo de compactação, o pó se comporta como um sólido plástico e a carga não é transmitida integralmente. Isso ocorre devido o atrito presente entre o pó e as paredes internas da matriz e também entre as partículas do pó cerâmico. Este atrito afeta a maneira como a pressão é distribuída ao longo da peça em formação, originando gradientes de tensão e de densidade do conformado [39].

A Figura 14 apresenta curvas relacionadas a pressão que é aplicada na peça, em uma compactação uniaxial e unidirecional, é evidente a atenuação da carga ao longo da peça vai diminuindo devido à perda de energia causada pelo atrito entre a parede do molde e partículas e entre as próprias partículas. Consequentemente essas curvas também estão relacionadas a densidade do compactado final.

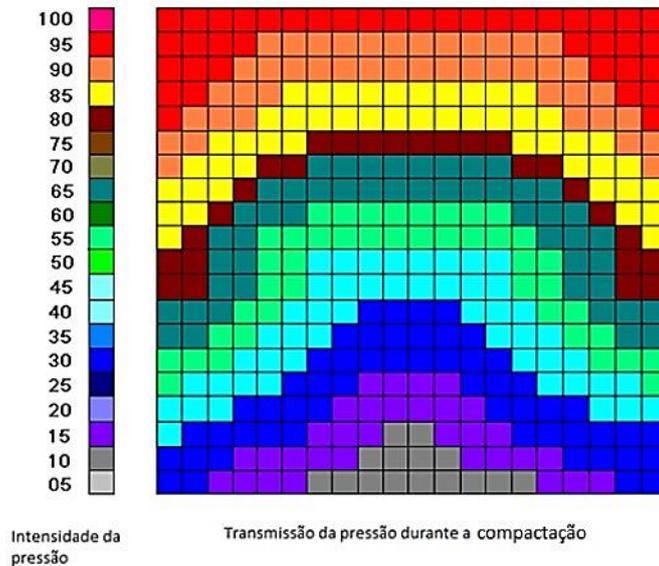


Figura 14 – Transmissão de pressão ao longo de uma peça em formação [39].

### 2.5.3 Secagem e Evaporação do Ligante

Antes de se iniciar o processo da sinterização, é importante remover o líquido do interior do material, por meio de transporte e evaporação. Esse processo de secagem deve ser controlado, pois tensões produzidas nesta etapa podem causar defeitos no corpo de prova. A evaporação do líquido presente no corpo de prova acontece por fluxo capilar, difusão química e difusão térmica [37].

O método mais utilizado para remoção dos ligantes no corpo de prova é o aquecimento lento do corpo de prova da temperatura ambiente até um valor máximo de 600 °C. Segundo Moraes (2004) os principais fatores que afetam a remoção dos ligantes são: “a taxa de aquecimento, o tipo de atmosfera, a geometria da peça, características do pó e do ligante e a porosidade a verde” [37].

Dois tipos de defeitos podem ser introduzidos na peça no momento de secagem e evaporação do ligante:

1. Ligante sai e deixa um espaço intergranular, gerando poros no corpo de prova.
2. A pressão da capilaridade pode rearranjar as partículas possibilitando o aparecimento de trincas.

Contudo, apesar dos riscos de aparecerem defeitos na peça, o processo de secagem promove uma redução do volume total da porosidade aberta do corpo de prova.

### 2.5.4 Sinterização das Cerâmicas

Segundo Hernández (2012) apud (Smith, 1998) “A sinterização é o processo pelo qual as pequenas partículas de um material se ligam entre si por meio de difusão no estado sólido” [52].

A sinterização de cerâmicas é um processo de união de partículas do pó compactado para a formação de uma estrutura sólida. Trata-se da remoção dos poros localizados entre partículas que vem acompanhado de contração do componente combinado com o crescimento e formação de ligações entre partículas. A sinterização pode ser dividida em três fases [37]:

1. Fase inicial – abrange o rearranjo das partículas e formação dos pescoços. Nesta fase há uma densificação de 50% a 60%.
2. Fase intermediária – evidencia-se o crescimento do tamanho do pescoço entre as partículas. Este estágio dura enquanto houver porosidade aberta e termina quando os poros se tornarem isolados, ou seja, quando houver porosidade fechada. Há uma densificação em torno de 90% nesta fase.
3. Fase final – Fase responsável pela eliminação lenta dos poros fechados por difusão de vacâncias ao longo do contorno dos grãos.

A Figura 15 ilustra as etapas da sinterização de cerâmicas, onde a redução da energia livre da superfície do corpo compactado pela ligação das interfaces das partículas vizinhas, promove a modificação das interfaces gás/sólido, para interfaces sólido/sólido de energia livre inferior fazendo que ocorra a aderência dos grãos, e o empescoçamento que leva a redução entre os contornos de grãos e a redução da porosidade, densificando o material. As cerâmicas alumina-zircônia após sinterização adequada tornam-se qualificadas para garantir um alto desempenho mecânico, devido a sua alta densidade e microestrutura controlada.

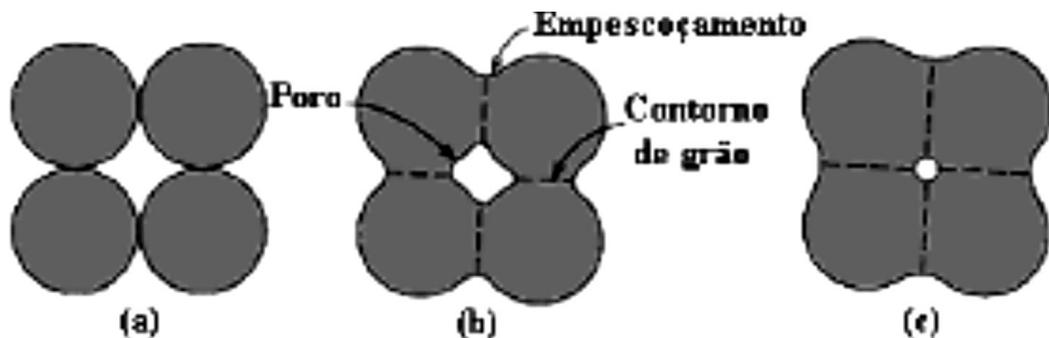


Figura 15- Ilustração da sinterização de pós compactados: (a) pó inicial, (b) coalescência de grãos, (c) Interface de grãos e fechamento da porosidade [14]

## 2.6 PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 2.6.1 Dureza

A dureza é uma propriedade mecânica do material que apresenta a resistência que um material tem quando é pressionado por outro material. Usualmente, a dureza de um material pode ser medida pela resistência a indentação ou penetração de um corpo duro no material [37,53].

Segundo Moraes (2004) “a dureza é definida pela pressão de indentação, a qual pode ser obtida pela razão entre a carga de indentação aplicada e a área da impressão superficial residual.”. Em um intervalo de tempo pré-determinado, um indentador de diamante (de forma esférica, cônica ou piramidal) é pressionado na superfície do material esperando-se que uma impressão plástica residual se forme, são retiradas as medidas a partir desta impressão e assim é possível realizar os cálculos da dureza do material [37].

Moraes (2004) ainda cita que algumas investigações confirmam que a dureza de um material cerâmico é função da carga aplicada no teste, onde a dureza aumenta conforme a carga diminui. Esse decréscimo da dureza em relação ao aumento da carga pode ser explicado devido a erros nas medidas experimentais e/ou relacionados com fatores estruturais intrínsecos, como: recuperação elástica da impressão e a presença de microtrincas causadas pela indentação.

Os principais parâmetros que influenciam a dureza do material são: tamanho e morfologia do grão, carga aplicada, temperatura, pureza, superfície e a porosidade do material.

O método Vickers, foi introduzido em 1925 por Smith e Sandland. É um método que relaciona a carga aplicada a área superficial da impressão. Seu penetrador é uma pirâmide de diamante, de base quadrada e ângulo de  $136^\circ$  entre faces opostas. O ensaio é aplicado a todos os materiais metálicos, ou corpos de prova muito finos, pequenos e irregulares [53].

A Figura 16 representa um esquema didático destacando as características de penetração da dureza Vickers.

As impressões são realizadas de tal forma que a distância entre as impressões é de no mínimo quatro vezes a diagonal de indentação, quando não apresentasse trinca (4d) ou se apresentasse trinca, era de pelo menos cinco vezes a medida da semi-diagonal de indentação mais o tamanho da trinca (5c), conforme Figura 17.

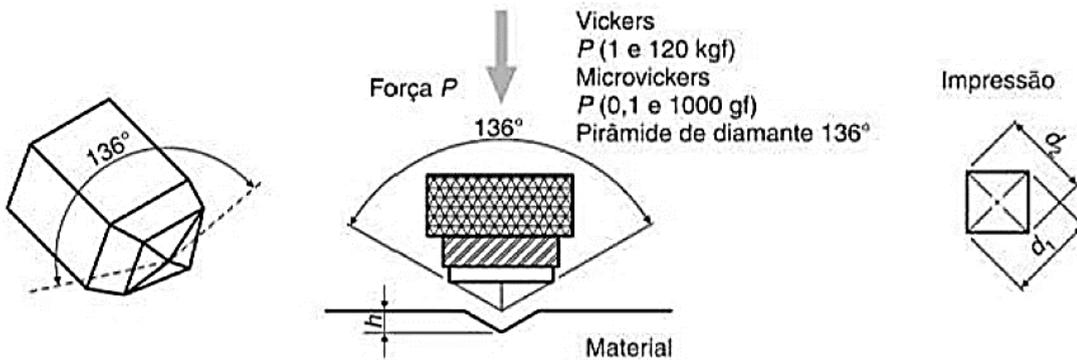


Figura 16 – Representação esquemática do ensaio de dureza Vickers [53].

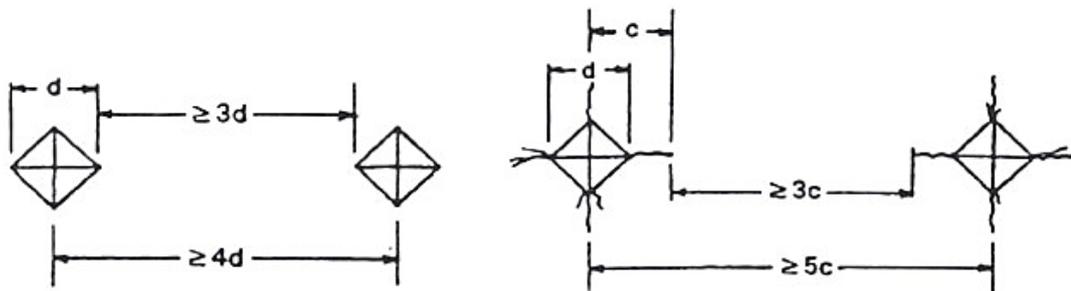


Figura 17 - Distância entre as indentações Vickers conforme norma ASTM C-1327-15 [54].

Nas medidas de dureza a norma ASTM C1327-15 estabelece padrões de diagonais de impressões consideradas aceitáveis, como mostra a Figura 18. De acordo com a norma não são aceitas impressões: com rachaduras nas pontas, assimétricas, bordas lascadas, região da ponta deslocada, pontas lascadas e irregulares, bordas irregulares, poro na ponta ou com um grande poro na indentação [54].

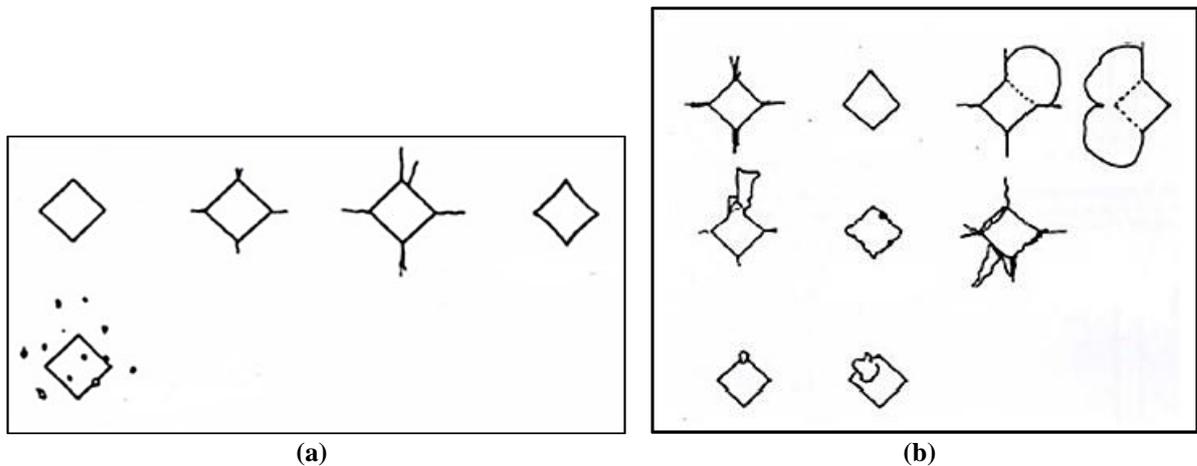


Figura 18 - Indentações Vickers de acordo com a norma: (a) aceitáveis e (b) não aceitáveis [54].

## 2.6.2 Módulo de Elasticidade

O módulo de elasticidade ( $E$ ), ou módulo de Young, é um parâmetro fundamental da engenharia. Para materiais isotrópicos, o módulo de elasticidade é a medida de rigidez elástica do material, que descreve a relação entre tensão e deformação no regime elástico e depende da composição química e microestrutural do material.  $E$  é dado pela inclinação da porção linear inicial da curva tensão versus deformação. É uma grandeza que é proporcional a rigidez do material quando submetido a determinada tensão, seja de tração ou de compressão [55].

Os materiais cerâmicos sofrem ruptura de maneira frágil, com pouca ou nenhuma deformação plástica. A temperatura ambiente, a fratura tende a ocorrer por clivagem sobre os planos cristalográficos, ou seja, fratura intragranular. A Figura 19 ilustra a diferença entre os comportamentos dúctil e frágil [55].

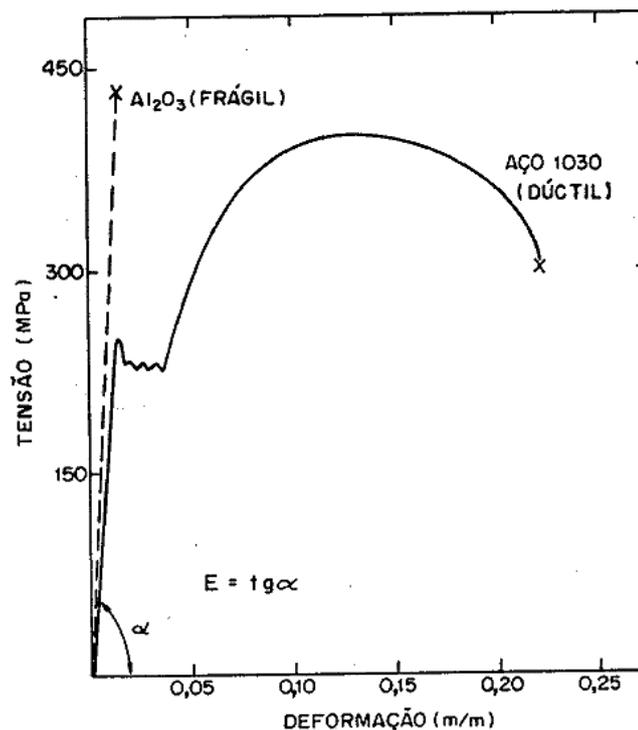


Figura 19 – Curvas de tensão versus deformação de um material frágil e um dúctil [55].

Os átomos e moléculas em sólidos são mantidos por ligações químicas, e os tipos de ligações químicas influenciam no módulo de elasticidade do material. Basicamente há dois tipos de ligações químicas, as primárias e as secundárias. As ligações primárias são de três tipos: iônica, covalente e metálica. Já as ligações secundárias, são denominadas as forças intermoleculares. As ligações covalentes resistem bem à deformação devido a sua força. Isso contribui

para a alta resistência e fragilidade de cerâmicas e vidros, uma vez que esses materiais são ligados por covalentes ou ligações mistas iônico-covalentes. Portanto, o módulo de elasticidade é maior se a ligação for mais forte [56].

As estimativas de resistência à tração do material podem ser relacionadas ao seu módulo de elasticidade. No entanto, algumas singularidades podem reduzir este valor, tais como: pequenas fissuras, poros e/ou deslocamentos, ou mesmo aumentá-lo, se houver obstáculos, tais como: limites de grãos, partículas duras de segunda fase e/ou elementos de liga [56].

No entanto, não são somente as ligações químicas que influenciam no módulo de elasticidade, os materiais podem se deformar também por deslizamentos entre as moléculas. Há uma variedade de estruturas cristalinas para materiais sólidos. Para os metais, são de particular importância as estruturas cúbica, tetragonais e hexagonais. As estruturas cristalinas das cerâmicas são elaborações de estruturas simples, mas uma maior complexidade existe devido à necessidade desses compostos em acomodar mais de um tipo de átomo [56].

É importante ressaltar que diferentes materiais têm diferentes valores de módulo de elasticidade e que nenhum material tem um comportamento perfeitamente linear ou elástico. Portanto é importante considerar o uso de constantes elásticas como uma aproximação útil que fornece respostas razoavelmente precisas [56].

### **2.6.3 Tenacidade à Fratura**

A propriedade que representa a resistência a propagação de uma trinca em determinado material é chamada de tenacidade a fratura ( $K_{Ic}$ ). É uma propriedade de elevada importância, pois é crítica a materiais de aplicação estrutural.

Várias técnicas de avaliação e medidas, utilizando macroentalhes e microfalhas, foram desenvolvidas. No entanto a literatura apresenta, para materiais similares, uma grande variação nos valores de tenacidade a fratura e parâmetros de crescimento de trinca, quando a geometria do corpo de prova e/ou o método de teste são diferentes. Diferenças que podem ser explicadas devido a composição e/ou microestrutura do material e diferenças no comportamento da fratura [37].

Nos últimos anos tem sido realizado diversos estudos para melhorar  $K_{Ic}$  de materiais cerâmicos. Esse tipo de material tem baixa tenacidade a fratura, devido a suas combinações de ligações iônicas e covalentes e são usados em aplicações estruturais. Surge então a necessidade de desenvolver materiais e métodos que aumentem o  $K_{Ic}$  destes materiais [37,42].

A medida dessa propriedade pode ser feita de diversas formas, sendo as principais: IF (*Indentation Fracture*), IS (*Indentation Strength*), CNB (*Chevron Notch Beam*), SCF (*Surface Crack in Flexure*), SEPB (*Single Edge Precracked Beam*), SENB (*Single Edge Notched Beam*), SEVNB (*Single Edge V-Notched Beam*) [42].

Um dos métodos mais utilizados, devido a sua simplicidade de determinar  $K_{Ic}$  em materiais frágeis, é o método de fratura por indentação (IF – *Indentation Fracture*). Este método, quando comparado a outros, facilita o processo devido a sua simplicidade e economia nos procedimentos de testes. No entanto, o teste apresenta uma pequena margem de erro. Se o módulo de elasticidade for conhecido, pode ser obtido um erro de até 10%, se não for conhecido, um erro de 30% [37].

A técnica IF, embora no ponto de vista prático facilite o processo, apresenta desvantagens que comprometem os resultados, tais como: dispersão de 30% a 40% nos valores obtidos, tensões residuais associadas a produção e propagação da trinca, dificuldade na avaliação do comprimento da trinca, dificuldade na seleção de uma fórmula aceitável entre as várias equações propostas para o cálculo de  $K_{Ic}$  [37].

Se comparada a demais técnicas, a determinação de  $K_{Ic}$  por IF apresenta vantagens como a simplicidade de preparação do corpo de prova, que necessita ser polida, é um teste de baixo custo e rápido e a extensão da trinca é mensurável. No entanto, a técnica também apresenta desvantagens, entre elas: discrepância de valores obtidos por outros métodos, precisão das medidas, muitos modelos e equações propostas na literatura [57].

Afim de superar parcialmente as dificuldades de medição do comprimento de trinca, algumas técnicas podem ser utilizadas, tais como: adição de uma camada de ouro de 20 nm sobre a superfície da indentação ou líquido penetrante, e a minimização de tensões compressivas residuais [37].

A técnica IF foi formada na década de 50, após Palmqvist introduzir o conceito de observação de trinca geradas quando indentações são feitas. A técnica IF consiste em medir as trincas que surgem nos vértices de uma indentação Vickers. A pirâmide de diamante Vickers é adotada como indentador padrão, isto porque a sua geometria produz um sistema de duas trincas, em ângulos retos [37, 58].

Os modelos de tenacidade são classificados de acordo com a forma geométrica da trinca abaixo da indentação, em dois sistemas principais: Sistema radial ou mediano (*half-penny*) e sistema Palmqvist. No primeiro sistema as trincas se formam como resultado de indentações Vickers. A uma dada carga de indentação, uma trinca se inicia abaixo do ponto de

contato. Essa trinca é comumente referida como trinca mediana. No segundo sistema, as trincas superficiais se formam durante o carregamento, em alguns materiais frágeis, com superfície polida e com tenacidade relativamente alta, trincas de superfície radiais rasas. A Figura 20 apresenta uma comparação entre as geometrias da trinca ao redor da impressão [37].

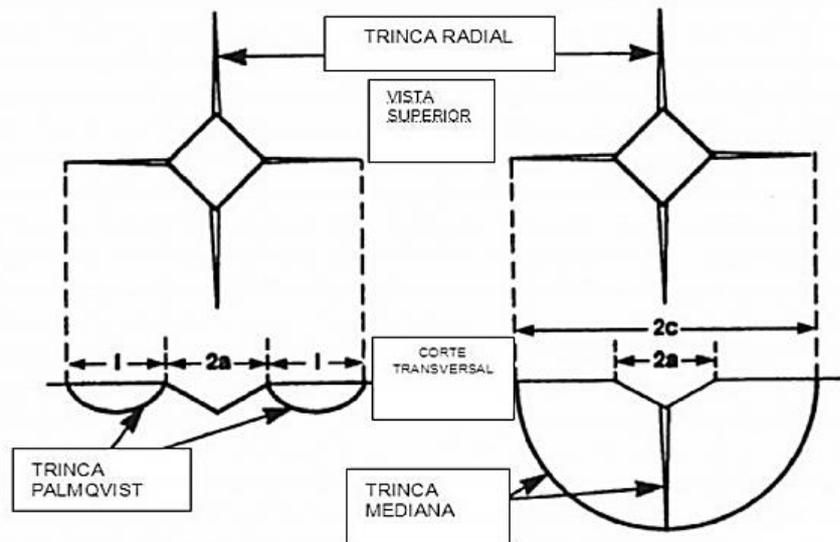


Figura 20 – Comparação dos sistemas de trincas ao redor de impressão Vickers [59].

A técnica IF consiste diretamente em medir o tamanho da trinca formada pela indentação. Há na literatura diversas relações quantitativas entre o comprimento da trinca e a tenacidade a fratura, e os valores de  $K_{Ic}$  podem variar em função de alguns parâmetros utilizados no teste, tais como taxa de teste, tempo de carregamento, efeitos de temperatura e ambiente.

A Figura 21 demonstra de forma esquemática o padrão de indentação para geometria Vickers, onde  $a$  representa a dimensão da semi-diagonal da impressão Vickers e  $c$ , a semi-diagonal somada ao comprimento da trinca radial/mediana.

Alguns procedimentos permitem identificar o sistema de trincas envolvido se é trinca “half-penny” ou radial/mediana ou trinca Palmqvist. Um deles é através do polimento das camadas superficiais do corpo de prova, já que a trinca Palmqvist se separa dos vértices da diagonal da indentação. E outro método é pela razão entre comprimento de trinca ( $c$ ) e o comprimento da diagonal ( $a$ ). A trinca Palmqvist pode ser observada quando a razão for menor que 2,5, já a trinca “half-penny” tem razões superiores a 2,5 [37].

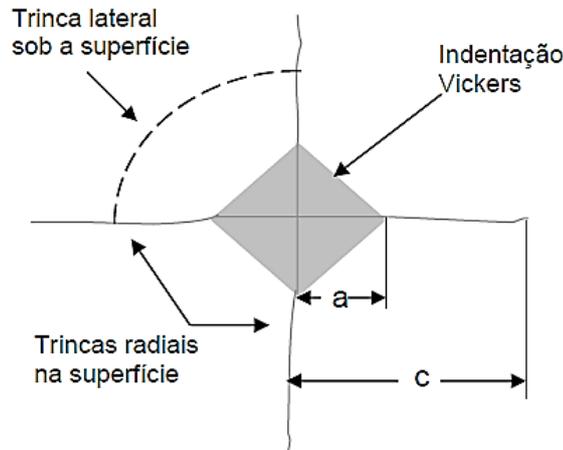


Figura 21 – Desenho esquemático do sistema IF [37].

No entanto, realizar a medida de tenacidade a fratura de cerâmicas de alta tecnologia é um desafio, pois existem diferentes métodos e fórmulas que resultam em diversos valores de tenacidade. E devido a zona plástica existente na face da trinca não pode ser simplificada para os modelos analíticos de trincas Palmqvist. Os métodos existentes foram estabelecidos, principalmente, de forma empírica [57, 60].

#### 2.6.4 Resistência mecânica a flexão

A resistência de um material pode ser determinada por fatores como a sua tenacidade a fratura ou seu maior e mais severo defeito. A tenacidade à fratura de materiais cerâmicos é muito baixa, sendo um problema, pois isso torna os materiais sensíveis a falha e defeitos muito pequenos, mesmo em baixos níveis de tensão. São os efeitos tenacificadores que ocorrem atrás da trinca, tais como transformação t-m, microtrincamento e outras, que resultam em uma curva-R crescente, ou seja, a resistência a propagação da trinca, aumenta com o crescimento da trinca, acumulando o efeito de tenacificação [37].

A Figura 22 apresenta um gráfico esquemático da curva-R crescente. Observa-se no gráfico a contribuição da zona frontal do processo  $\Delta K_{FP}$  e a zona da marola  $\Delta K_W$  a tenacidade a fratura. A presença destes efeitos cria dificuldades na determinação experimental da tenacidade a fratura de materiais frágeis causando um espalhamento nos resultados.

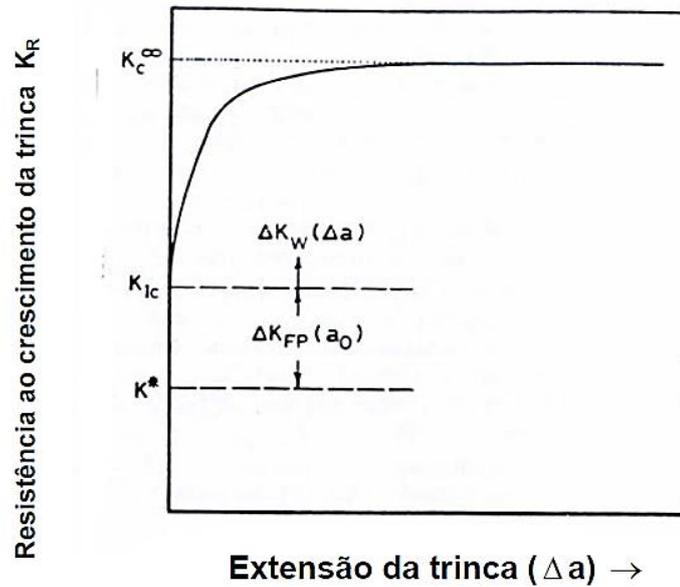


Figura 22 – Gráfico esquemático da curva-R crescente [37].

Embora materiais cerâmicos apresentem diversas qualidades atrativas, ele apresenta grande fragilidade, devido a essa fragilidade, falhas catastróficas podem ocorrer sob níveis de tensão relativamente baixos. A natureza frágil deste material decorre das suas ligações iônicas e covalentes [37].

Essas mesmas ligações conferem ao material cerâmico resistência teórica elevada. A resistência a compressão é alta porque no momento da sollicitação, os defeitos intrínsecos do material permanecerão fechados durante a compressão. No entanto, quando o material cerâmico é submetido a tração, ele demonstra resistência mecânica inferior, porque os mesmos defeitos, que não influenciaram na compressão, atuarão permitindo a abertura e propagação dos defeitos internos presentes [37,42,61,62].

No ensaio de resistência mecânica a flexão apenas tensões trativas e compressivas atuam ao longo da seção transversal do material. A Figura 23 apresenta um esboço de uma viga submetida a um ensaio de flexão, onde (a) é a região do corpo de prova entre o ponto A e o ponto central e (b) representa como as fibras se comportam. Nota-se que abaixo da superfície neutra o material encontra-se em tração e acima desta mesma superfície neutra, o material está submetido a compressão [42,53].

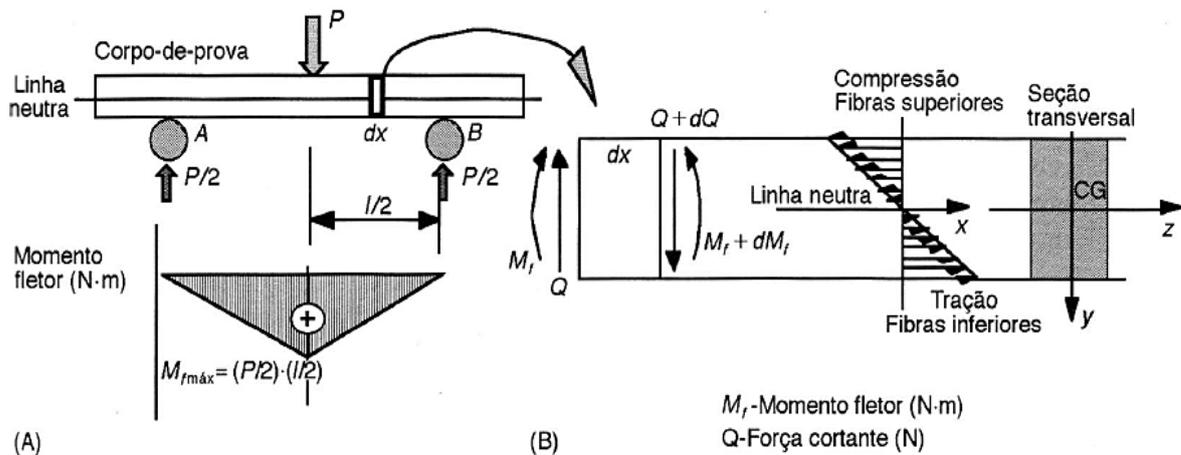


Figura 23 – Viga submetida a flexão pura [53].

As formulações dos ensaios de flexão admitem as tensões originárias da flexão e as dimensões do corpo de prova, sendo que efeitos das tensões de contato, desalinhamento, atrito e concentração de cargas, que são efeitos dominantes no resultado obtido do ensaio ficam mascarados, atribuídos naturalmente a dispersão alta dos valores de resistência mecânica em materiais frágeis [37].

Para avaliação da resistência mecânica de materiais cerâmicos, ensaios em três e quatro pontos em flexão estão sendo muito utilizados. No entanto, os ensaios de flexão em quatro pontos apresentam resultados inferiores ao de três pontos, visto que envolve um volume maior ensaiado e por consequência um número maior de defeitos que podem fraturar o material [37,63-65].

Na realização do ensaio de determinação do módulo de flexão é necessário aplicar uma carga crescente, monotonicamente, até que o corpo de prova frature. Conhecendo-se a carga de fratura,  $F$ , e os dados geométricos, chega-se à tensão crítica, que é o módulo de flexão do material.

## 2.7 FADIGA

### 2.7.1 O fenômeno

Estruturas submetidas a tensões estáticas, dinâmicas e variáveis estão sujeitas a falha por fadiga. O termo é utilizado devido a falha ocorrer após um período de tempo ou cargas, e essa falha pode ocorrer sob um nível de tensão menor que o limite de resistência a tração ou ao

limite de escoamento. É necessário um estudo a respeito desse tipo de falha pois todos os materiais, exceto vidros, podem falhar por fadiga e essa falha pode ser catastrófica, pois acontece repentinamente e sem aviso prévio [14].

Há mais de 150 anos que falhas mecânicas devido a fadiga são objetos de estudo da engenharia. Inicialmente, em 1828, W. A. J. Albert testou correntes de elevadores de minas sob carregamento cíclico. Em seguida, em 1839, o termo fadiga foi usado no livro de J. V. Poncelet sobre mecânica. Então, no século XIX e XX, vários pesquisadores estudaram o fenômeno, destacando-se: August Wöhler, na década de 1850; Gerber, em 1874; Goodman, em 1899; Soderberg, em 1930; e Morrow, em 1960's [56].

Segundo Hernández “os efeitos econômicos da fratura, em um país medianamente industrializado, correspondiam a 4% do PIB anual, sendo 70 a 90% destes custos relacionados à falha por fadiga” [52].

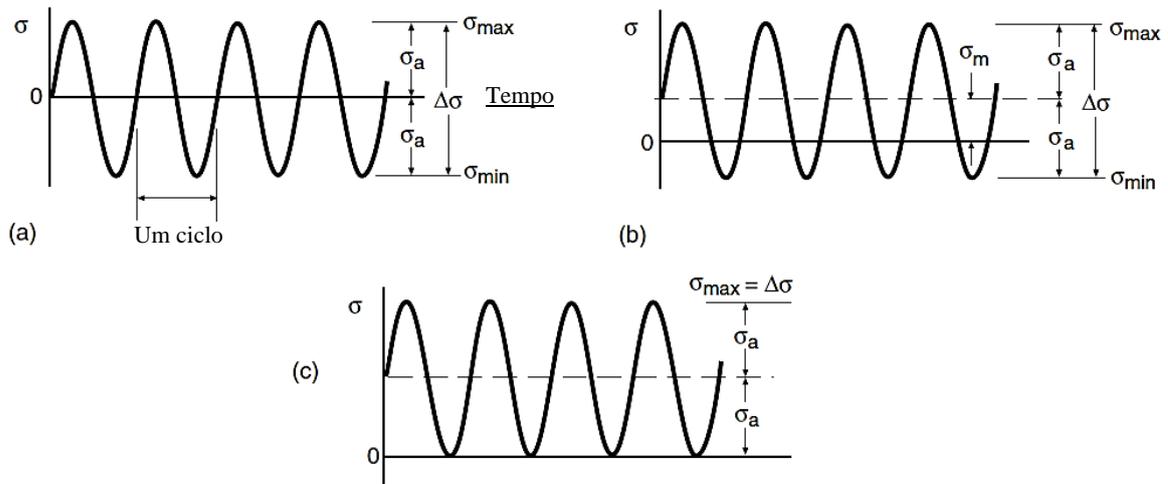
Entende-se por fadiga o cansaço extremo ou esgotamento causado por esforço repetitivo ou trabalho intenso. Esse termo muitas vezes associado ao corpo humano também é aplicado na engenharia, e é quando uma degradação ocorre no material aparecendo nas microfaturas que se propagam, gerando trincas e levando a ruptura [52,66].

### **2.7.2 Descrição dos Carregamentos**

O nível de tensão a qual ocorrerá a falha do material após determinado número de ciclos, é definido como resistência a fadiga. Esse valor de resistência do material é determinado de forma experimental com condições de teste controladas [52].

Os testes de fadiga podem ocorrer sob condições de carregamento estático ou cíclico. Na fadiga estática, o material irá fraturar devido a propagação lenta das trincas. Este tipo de fadiga é especialmente sensível as condições ambientais, que ocorre um processo de corrosão sob tensão na ponta da trinca, favorecendo sua propagação. Na fadiga cíclica, será aplicada uma carga cíclica no material, podendo fazer com que se tenha uma falha prematura.

Testes de fadiga podem envolver carregamento cíclico entre níveis de tensão máximos e mínimos, constantes ou alternados. A Figura 24 representa carregamentos em amplitude constante que pode ser aplicado em um teste [56].



**Figura 24 – Diagrama tensão x deformação no modo de carregamento de amplitude constante. (a) Carregamento cíclico alterna entre  $\sigma_{\min}$  e  $\sigma_{\max}$ , respectivamente, negativo e positivo de igual magnitude,  $\sigma_m = 0$ ; (b) há uma tensão média,  $\sigma_m \neq 0$  e  $\sigma_{\min} \neq \sigma_{\max}$ ; e (c) ciclo mínimo nulo,  $\sigma_{\min} = 0$  e  $\sigma_m \neq 0$  [50].**

Também na Fig. 24 é possível identificar alguns parâmetros usados para caracterizar os ciclos.

A tensão máxima ( $\sigma_{\max}$ ) e a tensão mínima ( $\sigma_{\min}$ ), são representadas pelas Eq. 1 e Eq. 2, respectivamente;

$$\sigma_{\max} = \sigma_m + \sigma_a \quad (1)$$

$$\sigma_{\min} = \sigma_m - \sigma_a \quad (2)$$

$\sigma_m$  e  $\sigma_a$  e são, nessa ordem, a tensão média e a amplitude de tensão, também chamada de tensão alternada por alguns autores;

$$\sigma_m = \frac{\sigma_{\max} + \sigma_{\min}}{2} \quad (3)$$

$$\sigma_a = \frac{\sigma_{\max} - \sigma_{\min}}{2} \quad (4)$$

E o R é chamado de razão entre tensões e A, razão de amplitude.

$$R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}} \quad (5)$$

$$A = \frac{\sigma_a}{\sigma_m} \quad (6)$$

### 2.7.3 Fatores que afetam o limite de resistência do material

Alguns fatores precisam ser considerados no momento de cálculo de vida em fadiga do material, fatores que afetam o limite de resistência a fadiga além das inconformidades no microscópicas no material. Os valores para cada um desses fatores são encontrados em diversas literaturas [53].

O fator  $k_a$ , representa o fator de superfície. Para cada tipo de superfície se tem um valor padronizado de  $k_a$ , desde superfícies mais grosseiras até as que tem acabamento altamente polidos. Como já visto, componentes com defeitos superficiais são mais suscetíveis a nucleação de trincas.

A relação entre a área efetiva sob carregamento, é introduzida como um fator de tamanho  $k_b$ .

O fator  $k_c$  representa o fator de carregamento, uma vez que a maneira que foi executada o teste tem influência direta sobre a vida em fadiga do material.

Além da superfície, tamanho e tipo de carregamento, um fator importante para a determinação da vida em fadiga é o fator  $k_d$ , que é o fator de temperatura. A variação de temperatura afeta as propriedades do material, e neste caso, pode afetar a sua natureza química, física, mecânica ou outras.

A confiabilidade do material é um valor de extrema importância no projeto, visto que as resistências obtidas são de valores médios, o fator é introduzido como  $k_e$ .

Os efeitos ambientais e tensões residuais, são fatores que também diminuem as propriedades mecânicas do componente. Por exemplo, peças sujeitas a ambientes agressivos, como implantes no corpo humano, respondem diferente de quando testadas em laboratório, devendo assim incluir fatores ambientais ao ensaio, por exemplo a corrosão. Para esses efeitos que o componente possa ter é introduzido um fator  $k_f$ , que é um fator de efeitos diversos.

Quando encontrados concentradores de tensão no componente, este deve ser considerado e estudado exclusivamente, pois se não for devidamente considerado a peça pode falhar exatamente no ponto onde está localizado este fator [53].

Outro efeito importante que influencia diretamente no limite de resistência fadiga do material é o efeito da tensão média que se dá devido a maneira que a trincas se propagam no material. Quando se tem uma tensão média não nula no material, tem-se que na maior parte do tempo, o material estará em tração ou compressão.

### 2.7.4 Mecanismos de fadiga

A fadiga é um tipo de falha mecânica localizada, progressiva e cumulativa. O processo ocorre pela iniciação de uma trinca e propagação de trincas e, em geral, a superfície da fratura é perpendicular a direção de uma tensão de tração aplicada [14].

As falhas por fadiga em cerâmicas, em função da sua natureza frágil, ocorrem instantaneamente, sem qualquer deformação plástica visível, se dando em 3 estágios: Nucleação da trinca; propagação da trinca e ruptura do material [14].

Quando o componente é submetido a uma tensão que faz com que surja uma trinca, geralmente aparecem em outras duas regiões a serem observadas e que caracterizam a ruptura por fadiga. A primeira região, equivalente à propagação da trinca, tem aspecto polido, mais claro e curvadas em relação a origem da falha, é chamada de marcas de praia, ela tem esse aspecto devido ao seu crescimento por ciclo. Já a segunda região, apresenta cor mais escura, onde se caracteriza a ruptura súbita, são propagações tortuosas e suas marcas mais rugosas. A Figura 25 ilustra esses estágios da fratura por fadiga.

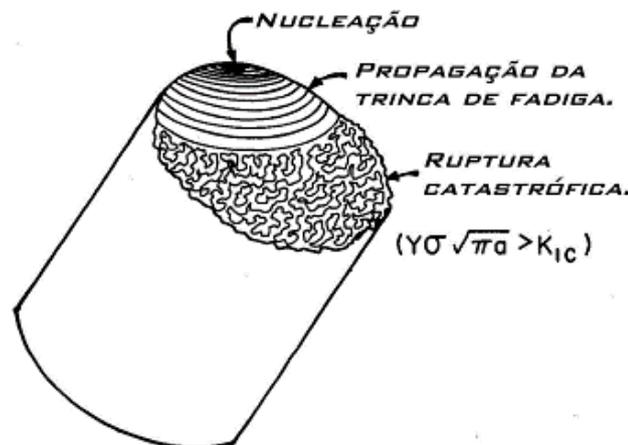


Figura 25 – Representação dos estágios de falha por fadiga [67].

#### 2.7.4.1 Nucleação de trincas

Geralmente, a falha por fadiga está relacionada a deformações plásticas e com tensões cisalhantes. Em materiais cristalinos, quando tensões são aplicadas, microrregiões dos grãos sofrem deformações resultando em um deslocamento entre os planos. Caso esse fenômeno se repita por um período de tempo, aparecem no material as chamadas intrusões ou extrusões, que

são deslizamentos de planos que aparecem preferencialmente na superfície da peça, como ilustrado na Figura 26. Esses planos de deslizamentos podem acontecer em qualquer material ou em qualquer momento desde que o material seja solicitado por uma carga.

Materiais frágeis, como os cerâmicos, podem pular diretamente para a fase de propagação da trinca, em locais com vazios [68].

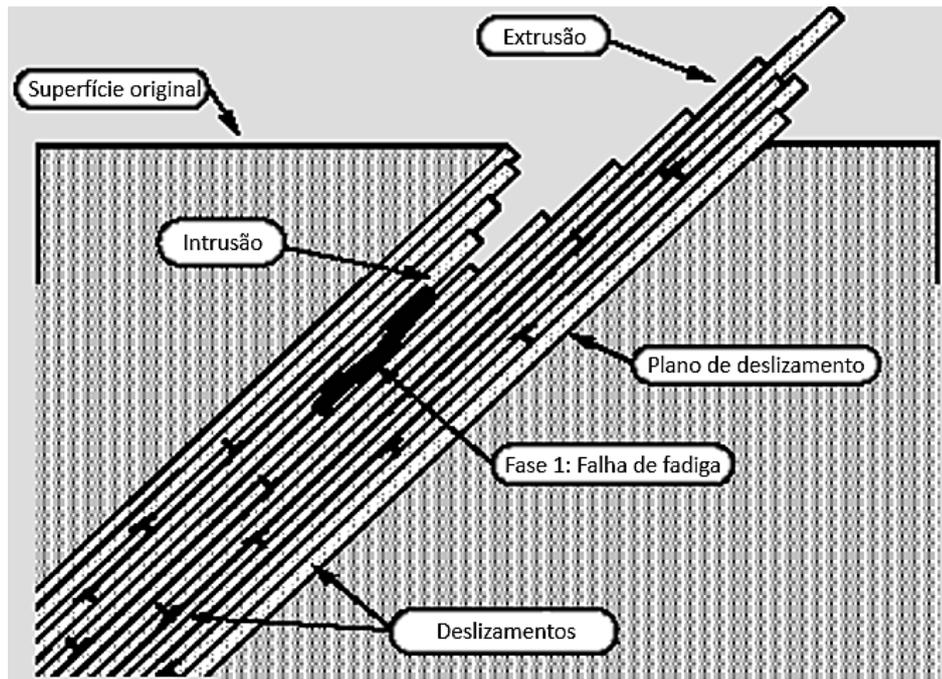


Figura 26 - Representação do surgimento de microtrincas através da movimentação de planos de escorregamento [52].

Regiões de alta concentração de tensão ou baixa resistência são mais propensas ao surgimento de trincas. A Figura 27 exemplifica alguns defeitos que o material pode conter e que irão atuar como concentradores de tensão.

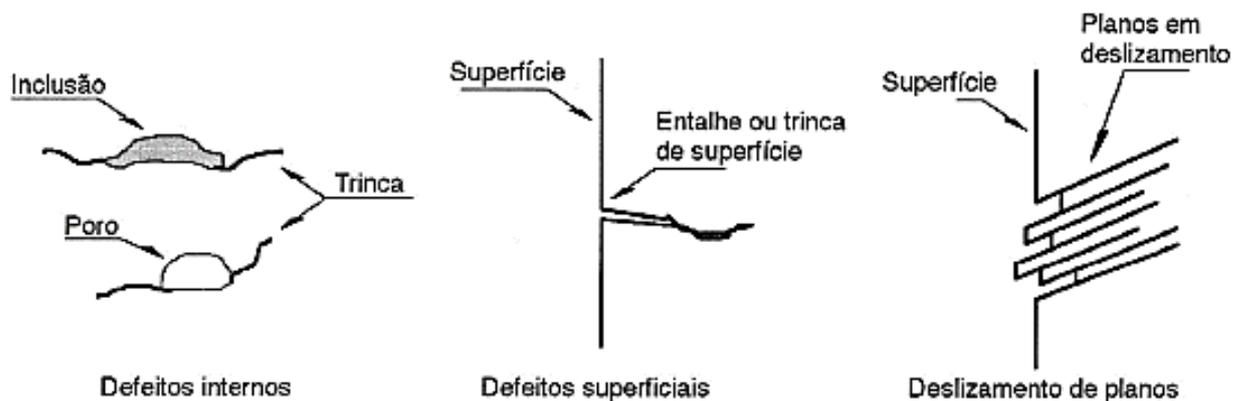


Figura 27 – Elementos de nucleação de trincas [53].

#### 2.7.4.2 Propagação da Trinca

As microtrincas, quando estabelecidas, atuam como intensos concentradores de tensão. Assim todas as vezes que se aplica uma tensão de tração, as trincas se alongam, zonas plásticas se formam e há um abrandamento momentâneo na tensão [52].

Quando, no ciclo de tensões, é aplicada uma tensão compressiva, ou nula, a trinca se fecha, o escoamento cessa e o efeito de concentração de tensões se reestabelece. Quando é aplicada uma tensão trativa as trincas voltam a se alongar. Neste momento a propagação se caracteriza pelo crescimento da trinca em uma direção perpendicular ao carregamento principal [52].

Hernández (2012) explica que “quando a tensão aplicada é contínua, o crescimento da trinca a cada ciclo reduz também a resistência do material, que antes inteiro, agora apresenta um vazio, ou seja, possui uma área menor para resistir às tensões de carregamento. O resultado disso é que o material acaba sofrendo tensões cada vez maiores” [52].

#### 2.7.4.3 Fratura

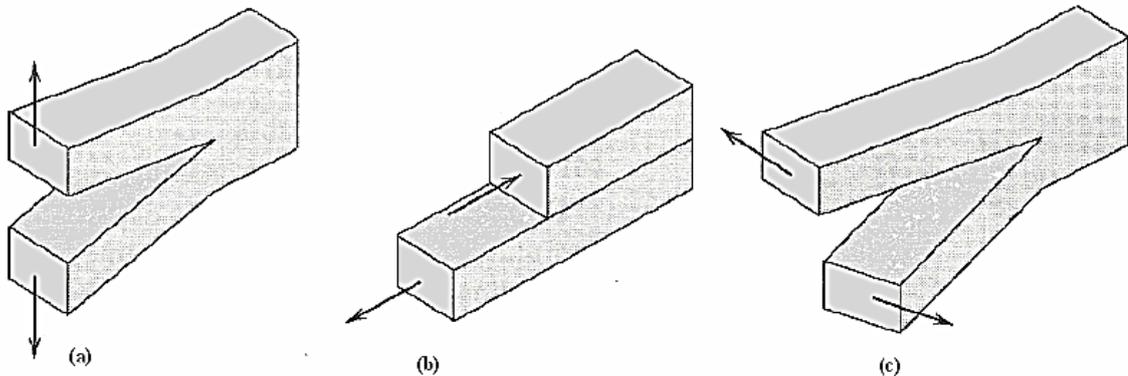
Uma fratura rápida e repentina ocorre quando o volume do material já não é mais o suficiente para resistir as tensões que estão sendo aplicadas, ou seja, o fator de concentração de tensões já é grande o suficiente para que se atinja o nível de tenacidade a fratura do material.

A fratura pode ser classificada sob três aspectos [68]:

- a. Quanto ao tipo: dúctil, frágil, por fluência ou por fadiga;
- b. Quanto a maneira de carregamento: estática ou dinâmica
- c. Quanto a propagação durante a fratura:
  - Modo I – abertura ou tração, consiste simplesmente nas faces se afastando;
  - Modo II – Deslizamento, as faces da trinca deslizam uma em relação a outra.
  - Modo III – Rasgamento, também envolve o deslizamento relativo das faces da trinca, mas a direção é paralela a borda principal.

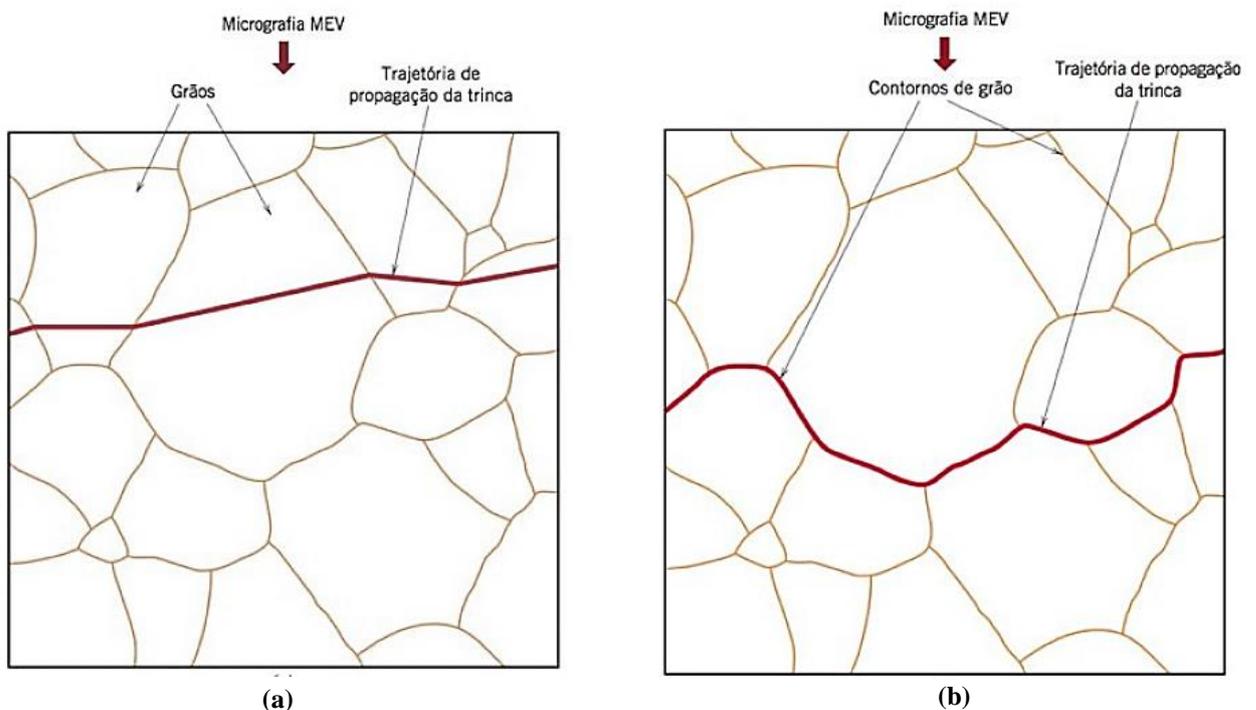
A Figura 28 representa a propagação da trinca por estes três modos. Como a fratura em materiais frágeis não envolvem a deformação plástica, as trincas tendem a se propagar de

forma que se minimize as tensões cisalhantes, tornando assim o modo I característico para materiais cerâmicos [68].



**Figura 28 – Os três modos de fratura (a) modo I, (b) modo II e (c) modo III [68].**

Cada material que falha de maneira frágil pode apresentar características próprias em sua superfície. Materiais cristalinos frágeis podem romper sucessivamente e repetidamente suas ligações atômicas ao longo do plano cristalográfico, processo conhecido por clivagem. Esse tipo de fratura é chamado de transgranular, onde as trincas da fratura passam através dos grãos, como mostra a Fig. 29 (a). Outro tipo de propagação de trincas ocorre ao longo do contorno dos grãos, esse tipo de propagação é chamado de intergranular, representada na Fig. 29 (b) [14].



**Figura 29 – Perfil esquemático de seção transversal mostrando a propagação de trincas (a) transgranular e (b) intergranular [14].**

### 2.7.5 Método da escada

Como em outras aplicações na engenharia, a fadiga de um material pode ser determinada através de ensaios laboratoriais. Ensaios são realizados submetendo corpos de prova a uma série de tensões cíclicas, sob uma tensão que pode ser estimada inicialmente através de relações empíricas baseadas na literatura e então o número de ciclos é contado até o momento da ruptura.

O termo resistência a fadiga é utilizado para especificar um valor de tensão para uma dada vida de interesse particular. Outros termos utilizados são fadiga de baixo e alto ciclo de vida, os quais identificam, respectivamente, situações em que o número de ciclos vão até  $10^3$  ciclos e o segundo de acima  $10^3$  ciclos. Os ciclos de longas vidas em fadiga identificam situações em que é suficientemente baixa para que os efeitos de escoamento não dominem o comportamento mecânico [14, 56].

O conceito de limite de resistência a fadiga, também conhecido por limite de durabilidade, é amplamente utilizado em projetos de engenharia. Mesmo que o material não tenha um valor distinto definido, as vezes são assumidos como tendo devido ao comportamento para fins de usos de projeto. Neste caso, arbitrariamente, é dito como sendo o seu limite de resistência a fadiga. Tal suposição é adotada para uma vida de  $5 \times 10^8$  ciclos, no entanto devido ao tempo de ensaio, a maioria dos ensaios mais recentes está limitado a  $10^7$  ciclos ou até mesmo  $10^6$  ciclos [14, 56].

O teste de resistência a fadiga tem como objetivo final calcular uma distribuição estatística da resistência a fadiga de um determinado material em uma vida de fadiga de alto ciclo. Entre muitos métodos utilizados, o método da escada foi adotado popularmente por muitos padrões para avaliar as propriedades estatísticas de um limite de fadiga [69].

Para determinar os parâmetros estatísticos dos resultados podem ser utilizadas duas técnicas de redução de dados, o Dixon-Mood (1948) e os métodos de Zhang-Kececioglu (1998). Os métodos de Zhang-Kececioglu propõem usar um método de estimativa de máxima verossimilhança ou o método de análise de itens suspensos para análise estatística, este método é mais flexível a ajustar os dados de teste a uma distribuição estatística diferente normal e pode ser usado para etapas de tensões variáveis. Enquanto o método Dixon-Mood deriva de um método de verossimilhança e assume uma distribuição normal que se ajusta melhor ao limite de fadiga, além de ser mais fácil de utilizar e fornecer resultados mais conservadores [69].

Neste método, primeiro é estimado um valor médio do limite de fadiga e então é conduzido o teste com um nível de tensão superior ao estimado. Se o corpo de prova falhar antes

da vida útil de interesse, chamada de run-out, esse nível de tensão é reduzido um nível, no entanto, caso ele não falhe, esse nível de tensão é aumentado em um nível. Os incrementos de tensão devem ser iguais ou inferiores a 5 % do limite de fadiga estimado inicialmente. Recomenda-se que sejam utilizados no mínimo 15 corpos de prova para esse tipo de ensaio [69-71].

Em relação a outros métodos, o método da escada pode economizar de 30 a 40 % o número de corpos de prova, visto que o método concentra os testes a tensões próximas ao limite de fadiga médio estimado. Outra vantagem do método é que a análise estatística é bastante simples [52].

### 2.7.6 Método da escada modificada

Devido a aleatoriedade do fenômeno de fadiga, por segurança se realiza um número elevado de testes. No entanto quando se tem um número limitado de CP's, o método da escada modificado é uma opção, pois não são necessários muitos corpos de prova.

O primeiro teste se realiza com uma tensão abaixo, que previamente é calculada, do limite de resistência a fadiga e os testes posteriores são definidos com base no teste anterior. Caso o CP alcance um número  $N_c$  de ciclos sem haver falha, diz-se que o *run-out* foi atingido, então é adicionado um incremento de tensão em relação à anterior. Mas caso o CP falhe, dois incrementos de tensão são diminuídos na tensão onde a falha ocorreu. Este incremento é previamente calculado e recomenda-se que seja igual ou inferior a 5 % do limite de fadiga inicialmente estimado [72-74].

Para se obter um cálculo confiável de dados, é necessário que sejam executados os ensaios em, no mínimo, 3 espécimes. A Figura 30 ilustra o procedimento do método.

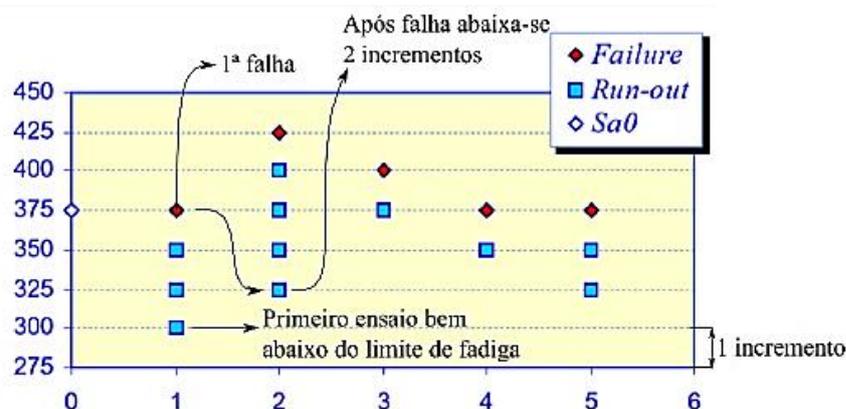


Figura 30 – Exemplo didático de experimento do método da escada modificado [73].

### 2.7.6.1 Cálculo da média e desvio padrão

Neste método o número de falhas e de run-outs geralmente são iguais, no entanto pode ocorrer que um dos dois seja menos frequente que o outro. A abordagem de Dixon e Mood, derivada da teoria de máxima verossimilhança pode ser aplicada aqui, especialmente em testes com poucos CP's.

Para calcular a média e o desvio padrão amostrais, utiliza-se, respectivamente, as Equações 7 e 8, distinguindo-se a Equação 14 entre C igual a 1 ou 2. O método utiliza apenas a ocorrência menos frequente nos resultados do teste, ou seja, quando o evento menos frequente são as falhas, utiliza-se a equação de C=1, no entanto se o evento menos frequente são run-outs, utiliza-se a equação de C=2 [72-74].

$$\bar{\sigma}_0 = \sigma_{0min} + d. \left( \frac{A}{F} - \frac{1}{2} \right), \text{ quando } C=1 \quad (7)$$

$$\bar{\sigma}_0 = \sigma_{0min} + d. \left( \frac{A}{F} + \frac{1}{2} \right), \text{ quando } C=2$$

$$s = 1,62. d. \left( \frac{F \cdot B - A^2}{F^2} + 0,029 \right) \quad (8)$$

Onde  $\sigma_{0min}$  é o menor nível de tensão para a ocorrência menos frequente, d é o incremento de tensão utilizado e F, A e B são calculados de acordo com as Equações 9, 10 e 11 onde  $i$  é o índice que enumera os níveis de tensão que causaram falhas e  $f_i$  é o número de CP's que passaram por essa amplitude de tensão [72-74].

$$F = \sum f_i \quad (9)$$

$$A = \sum i f_i \quad (10)$$

$$B = \sum i^2 f_i \quad (11)$$

Depois de calculados a média e o desvio padrão amostrais, duas condições devem ser satisfeitas para que o método seja validado. Contudo, se qualquer uma das condições não forem atendidas, é recomendado que se repita o teste. As Equações 12 e 13 para validação estão indicadas a seguir [72-74].

$$\frac{BF - A^2}{F^2} > 0,3 \quad (12)$$

$$0,5s < d < 1,5s \quad (13)$$

### 2.7.6.2 Intervalo de confiança para limite médio de fadiga

É necessário garantir a confiança que o valor da média da amplitude de tensão  $\bar{\sigma}_0$  está acima limite de fadiga escolhido, usando um intervalo de confiança para a média dos corpos de prova. O valor de  $\bar{\sigma}_0$  segue a distribuição de t-Student, que é simétrica em relação à média, como indicado pela Figura 31. Dessa forma, é possível corrigi-lo para assegurar-se com uma confiança de  $X\%$  que a média do limite de fadiga de novos testes estarão acima deste valor [72-74].

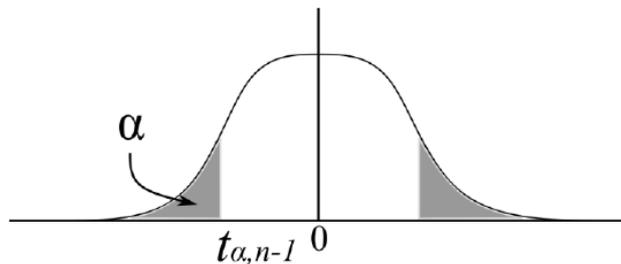


Figura 31 – Distribuição de t-Student [72].

Este valor da média corrigido estatisticamente pode ser calculado pela Equação 14, onde  $X\%$  é a confiança desejada e  $n$  é o número de CP's [72-74].

$$\sigma_{0,x\%} = \bar{\sigma}_0 - t_{\alpha, n-1} \frac{s}{\sqrt{n}} \quad (14)$$

### 2.7.6.3 Intervalo de confiança para desvio padrão

Por sua vez, o desvio padrão corrigido por uma confiança de  $X\%$ , possui uma distribuição chi-Quadrada, como é mostrado na Figura 32. Neste caso, o nível de confiança é usado para assegurar-se que novos testes terão desvio padrão abaixo do limite superior do desvio padrão amostral corrigido estatisticamente pela distribuição chi-Quadrada [72-74].

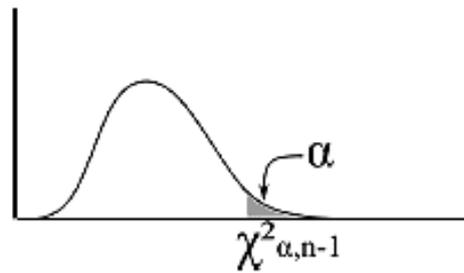


Figura 32 – Distribuição chi-Quadrada [72].

Este outro valor do desvio padrão corrigido estatisticamente deve ser calculado pela Equação 15, onde os limites de probabilidade de falha são levados em consideração [72-74].

$$s_{x\%} = \sqrt{\frac{n-1}{\chi^2_{\alpha, n-1}}} \cdot s \quad (15)$$

## 2.8 FADIGA EM CERÂMICAS

Usualmente, as cerâmicas são classificadas em relação a sua dureza, tenacidade a fratura e resistência a fratura. No entanto, a falha sob condições de fadiga em cargas muito menores que a resistência a fratura é um fenômeno comum. E determinar o comportamento a fadiga sob condições estáticas ou cíclicas é essencial para aplicações na engenharia de materiais [16,75].

Somente a partir dos anos 70 que foi reconhecida a fadiga cíclica em materiais cerâmicos. Acreditava-se que em materiais frágeis não haveria fadiga cíclica devido à ausência de uma região de plasticidade na ponta da trinca. Apesar disso, foi verificado esse efeito na  $ZrO_2$ ,  $Al_2O_3$  e no  $Si_3N_4$  por alguns pesquisadores. E desde então, tem sido cada vez mais estudados os mecanismos que aumentam a tenacidade a fratura e mecanismos de fadiga cíclica em componentes cerâmicos [68].

Em função de sua natureza frágil, as cerâmicas são propensas a falhas por fadiga de maneira súbita, sem o aparecimento de qualquer deformação plástica visível. Abrangendo os três estágios de fadiga: Nucleação da trinca, propagação e ruptura. No entanto, diferentemente de outros materiais, a superfície da fratura de um componente cerâmico que rompeu por fadiga cíclica é similar a fratura de um componente que rompeu por carregamento estático [14,76].

O mecanismo de propagação de trincas em materiais cerâmicos é distinto dos metais. O comportamento a fadiga de materiais cerâmicos é uma função da competição de dois parâmetros [63]:

- Intrínsecos, referente aos mecanismos de degradação microestrutural. Acontecem na frente da trinca e está relacionado ao seu crescimento e propagação.
- Extrínsecos, referente ao mecanismo de bloqueio das trincas. Acontecem atrás da trinca e está relacionado ao retardo do seu crescimento.

Nos metais, o mecanismo de tenacificação está relacionado à atividade de discordâncias moveis e a plasticidade do material, ou seja, é basicamente intrínseco. Já os materiais cerâmicos são tenacificados por transformação e fechamento de trincas, ou seja, extrinsecamente [63].

Componentes cerâmicos são sujeitos ao fenômeno de crescimento lento e subcrítico de trincas, do inglês *Solow Crack Growth* – SCG. O SCG ocorre devido a interação química entre o componente cerâmico e o ambiente que ela está inserida. Quando o componente cerâmico está submetido a tensões e presença de umidade, a trinca se propaga de modo estável com uma tensão abaixo do nível crítico provocando uma diminuição da resistência do material com o tempo [76].

Devido ao fenômeno de SCG, Fraga (2016) explica que, em cerâmicas policristalinas, é possível acelerar os ensaios de resistência a fadiga cíclica, sem alterar significativamente os resultados, em até 20 Hz. A autora ainda enfatiza que os resultados são validos para cerâmicas policristalinas, não podendo ser utilizados para cerâmicas com conteúdo vítreo, pois estas são ainda mais suscetíveis ao fenômeno de SCG, sendo que quanto maiores as frequências utilizadas, maiores seriam as resistências [76].

Souza (2007) apud Ritchie et. al. (2000), indicam as principais características da fadiga cíclica em cerâmicas:

- A nucleação das trincas em materiais cerâmicos está intimamente associada aos defeitos internos da peça, oriundos do processamento do corpo de prova.
- A morfologia da superfície de fratura é similar à do carregamento estático, onde uma quantidade de estrias esteja presente.
- A microestrutura tem efeito significativo no crescimento de trincas por fadiga, especialmente nos casos de zircônia parcialmente estabilizada.
- A taxa de crescimento das trincas é extremamente elevada com o aumento da tensão aplicada.

A fadiga em componentes cerâmicos envolve três fatores importantes: fator microestrutural do componente, relacionado a tamanho e forma do grão, e a transformação de fase;

fator do meio ambiente, para cerâmicas que oxidam na presença de outro componente; e fator mecânico, referente as condições de cargas, sendo estáticas ou cíclicas [75].

Há um número considerável de trabalhos envolvendo cerâmicas de vidro, alumina e zircônia. No entanto existem poucos estudos críticos publicados sobre fadiga cíclica e estática à temperatura ambiente para cerâmicas avançadas. O teste de fadiga impõe uma série de problemas. Um deles é a alta dispersão de resultados, que prejudica a tendência a resultados de fadiga. Esta dispersão é considerada oriunda de parâmetros intrínsecos do componente. E devido a estas complicações, não se pode ainda dizer que a teoria de fadiga em cerâmicas esteja bem esclarecida [16,75].

## 2.9 TRABALHOS ENVOLVENDO OS ESTUDOS DE PROPRIEDADES MECÂNICAS E FADIGA EM COMPÓSITOS COM ZIRCÔNIA

Revisões de trabalhos envolvendo o estudo de caracterizações microestruturais, propriedades mecânicas e fadiga realizados em alumina ou zircônia, nos últimos 10 anos, que são diretamente relacionados ao presente trabalho são apresentados a seguir.

Habibe (2011) e Andrade et. al. (2017) realizaram uma caracterização da microestrutura e das propriedades mecânicas de cerâmicas a base de zircônia. Habibe, realizou tais caracterizações em uma zircônia parcialmente estabilizada com ítria (3Y-TZP) e Andrade et al., em uma zircônia dopada com ítria e céria reforçada com plaquetas de alumina, que posteriormente em 2021 foi estudada por Santos et al [77-78].

Habibe (2011) realizou ensaios de densidade relativa, a difratometria raios-X, microscopia eletrônica de varredura, dureza Vickers e tenacidade a fratura no compósito 3Y-TZP. A autora utilizou quatro temperaturas de sinterização, 1450, 1500, 1530 e 1600 °C. A melhor densificação aconteceu nas sinterizações de 1530 e 1600 °C, onde se obteve uma densidade relativa maior que 98%. Nas análises difratométricas foram encontradas apenas a fase tetragonal da zircônia. Os grãos cresceram a medida em que a temperatura aumentou, sendo que a 1450 °C o tamanho médio do grão é de 0,28 µm e a 1600 °C, 1,55 µm. As durezas e tenacidade a fratura aumentaram em função do aumento da temperatura de sinterização proporcionalmente, no entanto a tenacidade a para 1600 °C, sofreu uma redução. Um notável aumento da translucidez é observado com a redução da porosidade e o aumento do tamanho de grão, condições que inibem a passagem de luz em uma superfície [77].

Andrade et. al. (2017) para suas caracterizações microestruturais e mecânicas promoveu ensaios de densidade relativa, difratometria de raios-X com refinamento de Rietveld, microscopia eletrônica de varredura, módulo de elasticidade, dureza Vickers e tenacidade a fratura em dois compósitos, ZirPro® Shock (ZrS) e ZirPro® Intense (ZrI), ambos de zircônia dopada com ítria e céria reforçada com plaquetas de alumina ((Ce,Y)-TZP / Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Os autores identificaram que a sinterização das amostras a 1475 °C permitiu uma densificação superior a 98%. A difratometria de raios-X detectou, na composição ZrS, 9,8% da fase monoclinica de zircônia, além da fase tetragonal de zircônia e alumina hexagonal, e na ZrI não foi encontrado fase monoclinica. A dureza de ambas foi elevada, 1243±22HV e 1427±46HV, respectivamente e o módulo de elasticidade da ordem de 221±7,5 GPa e 253±2,6 GPa para amostras ZrS e ZrI. Os resultados de tenacidade à fratura foram inconclusivos, pois não foram identificadas trincas nos vértices das indentações apontando para uma alta tenacidade, hipótese que deve ser comprovada por técnicas mais precisas, como o método do entalhe [78].

Estudos sobre a rugosidade de cerâmicas a base de zircônia foram realizados por Smirnov e Bartolomé em 2012, Scherrer, s. S. Et al. em 2011, Alves em 2019 e Cadore-Rodrigues et al. em 2021. Ambos estudos avaliaram a rugosidade do material e o efeito da superfície no comportamento mecânico do compósito, além de avaliarem outras características e propriedades do material [79-82].

Smirnov e Bartolomé (2012) avaliaram as propriedades mecânicas da zircônia monolítica e da zircônia prensada a quente. Duas composições foram utilizadas, uma contendo 100% de zircônia parcialmente estabilizada com 3% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> contendo 15% de fase monoclinica residual (3Y-TZP) e outra composição com 80% da mesma zircônia acrescida de 20% de tântalo (3Y-TZP/Ta). O módulo de elasticidade encontrado para as composições foi próximo, 200 GPa e 186 GPa, respectivamente. No entanto a tenacidade a fratura foi significativamente aumentada com o acréscimo de tântalo a zircônia, 3Y-TZP obteve uma tenacidade de 8 MPa.m<sup>1/2</sup>, enquanto a 3Y-TZP/Ta foi de 16 MPa.m<sup>1/2</sup>, e o módulo de ruptura foi de 880 MPa e 992 MPa, respectivamente.

A superfície de fratura do ensaio estático e do ensaio dinâmico é muito semelhante. No entanto os autores, diferentemente dos demais apresentados a seguir, verificaram a rugosidade na superfície de fratura após os testes de força biaxial e de fadiga. Para uma área analisada de 490 µm<sup>2</sup>, a rugosidade encontrada na superfície da amostra do ensaio estático foi de 5.78 ± 0.33 µm e do ensaio de fadiga de 3.08 ± 0.28 µm, demonstrando que a rugosidade da superfície do ensaio estático é superior à do ensaio de fadiga. A adição de tântalo mostrou uma melhora

expressiva nas propriedades mecânicas, quando comparada a zircônia, e o valor do LRF é bem próximo ao valor do módulo de ruptura da zircônia pura [79].

Scherrer, s. S. Et al. (2011) visou determinar os limites de fadiga de compósitos de 3Y-TZP e caracterizar os tipos de falha que afetam o limite de resistência a fadiga. Foram utilizados quatro materiais diferentes a base de zircônia. O Lava (LV) e o Lava Colored (LVB), Everest ZS (KV) e Zeno Zr (ZW), produzidos pelas empresas 3M Espe, Seefeld, D., KaVo Dental GmbH, Biberach, D. e Wieland, Dental, Pforzheim, D. Os materiais foram sinterizados, metade deles foram polidos para os ensaios e a outra metade foi submetida ao jateamento com CoJet. Foram encontradas densidades próximas de  $6,1 \text{ g/cm}^3$  para todas as amostras. O jateamento feito nas amostras não alterou significativamente a rugosidade média ( $R_a$ ). Na análise difratométrica foram identificados picos tetragonais e cúbicos nas amostras como recebidas e uma pequena transformação t-m nas jateadas. Os limites de fadiga encontrados após o jateamento tiveram um aumento de 15% para ZW e KV, 17% para LV e 31% para LVB. O jateamento melhorou significativamente o comportamento a fadiga das quatro composições e uma análise da superfície de fratura indica que as trincas são iniciadas em falhas intrínsecas e usadas. A Tabela 3 apresenta os valores encontrados das densidades, rugosidades médias para as amostras conforme recebido (C.Rec.) e jateadas (Jat.), e os limites de resistência a fadiga [80].

**Tabela 3 – Densidade, rugosidade e limite de resistência a fadiga encontrada por Scherrer, s. S. Et al [80].**

	Densidade ( $\text{g/cm}^3$ )	Rugosidade média – $R_a$ ( $\mu\text{m}$ )		Limite de resistência a fadiga (MPa)	
		C.Rec.	Jat.	C.Rec.	Jat.
		Lava (LV)	$6,09 \pm 0,02$	$0,23 \pm 0,01$	$0,26 \pm 0,01$
Lava Colored (LVB)	$6,12 \pm 0,003$	$0,18 \pm 0,01$	$0,27 \pm 0,02$	600	788
Everest ZS (KV)	$6,08 \pm 0,01$	$0,75 \pm 0,58$	$0,71 \pm 0,55$	560	645
Zeno Zr (ZW)	$6,09 \pm 0,004$	$0,30 \pm 0,06$	$0,30 \pm 0,04$	470	540

Alves (2019) estudou a translucidez e as propriedades mecânicas de pós comerciais de zircônia, o Zpex – estabilizado com 3% de ítria ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) e o pó Smile, que é estabilizado com uma porcentagem maior de ítria. O Zpex é subdividido entre Zpex White e Zpex Yellow; e o Smile, entre Smile White e Smile Yellow. Os corpos de prova foram sinterizados em quatro diferentes temperaturas e posteriormente caracterizados quanto a difratometria de raios-X, microscopia eletrônica de varredura, rugosidade 3D, densidade aparente, dureza, módulo de elasticidade, tenacidade a fratura, resistência a flexão e diferença de coloração e razão de contraste.

A análise difratométrica evidenciou que a adição de ítria aumentou o percentual de fase cúbica, e o surgimento de uma população de tamanho de grãos significativamente maior, associados a esta fase. Os grãos da Zpex são majoritariamente equiaxiais e com uma distribuição restrita de tamanhos em intervalos curtos e característicos. Já os grãos Smile aumentaram o tamanho do grão em função da temperatura de sinterização. Seus grãos também são majoritariamente equiaxiais.

Os valores de dureza Vickers não apresentaram variação significativa. A tenacidade a fratura das amostras Smile oscilam entre 3,65 e 3,9 MPa.m<sup>1/2</sup>, em função da temperatura de sinterização, e as amostras Zpex, entre 6,8 e 8 MPa.m<sup>1/2</sup>. Os resultados de resistência à flexão das amostras Zpex foram superiores as amostras Smile, respectivamente, 1250 MPa e 620 MPa. Com relação a análise de translucidez, as amostras Zpex sinterizadas a 1600°C são, aproximadamente, 5,5% e 9,5% menos translúcidas que as amostras Smile Yellow e Smile White, respectivamente. Com isso, o autor demonstrou que as amostras Smile são menos suscetíveis a variações de coloração de acordo com a temperatura de sinterização [81].

Cadore-Rodrigues et al. (2021) realizaram um estudo sobre características da superfície e seu efeito no comportamento a fadiga de zircônia parcialmente estabilizada com ítria (5Y-TZP). Seis grupos foram divididos e tratados de formas diferentes. O grupo Ctrl teve um banho ultrassônico com água destilada; no grupo GLZ foi aplicado o spray *glaze*; no grupo SNF, um filme fino de SiO<sub>2</sub> foi depositado usando o processo PVD de *magnetron sputterin*; e foi realizado abrasão ao ar em três grupos: grupo AlOx, com partículas de óxido de alumínio, grupo SiC, com partículas de óxido de alumínio revestidas com sílica; e grupo 7% Si, com partículas de óxido de alumínio coberto por 7% de sílica.

O grupo GLZ obteve a maior rugosidade entre os grupos e a maior média de carga de falha para condições de fadiga, os autores atribuem tal desempenho a aplicação de uma camada fina de esmalte de porcelana. Os grupos Ctrl, SNF, SiC, 7% Si e AlOx obtiveram rugosidades semelhantes, Ra crescendo de 0,2 a 0,32 µm, e os valores médios de carga de falha para condições de fadiga decrescendo gradualmente de 480 a 343,33 MPa. Os autores destacam o enfraquecimento das amostras que sofreram abrasão ao ar, principalmente o tratamento AlOx. A análise de DRX confirmou a presença de fases cúbicas e tetragonais na superfície de todas as amostras. As análises das imagens de fratura mostram que as mesmas se originaram em defeitos de superfície da região de tensão de tração [82].

Passos et al. (2015) em seus estudos avaliaram o efeito do tratamento de superfície nas propriedades mecânicas de cerâmicas a base de zircônia. No estudo os autores analisaram as

propriedades mecânicas em zircônia parcialmente estabilizada com ítria com diferentes tipos de jateamento e de condicionamento térmico. Os CP's foram divididos em quatro grupos: um grupo de teste, sinterizado e polido, e os demais tiveram a superfície de tração jateada com areia de  $\text{SiO}_2$  ou  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (jateado e sinterizado; sinterizado e jateado; sinterizado, jateado e atacado termicamente). Em seguida todos os corpos de prova foram caracterizados por difratometria de raios-X, microscopia confocal de varredura a laser, microscopia eletrônica de varredura, teste de resistência a flexão e análise estatística. Segundo os autores, o jato de areia antes da sinterização diminuiu significativamente a resistência a flexão do corpo de prova. Nas análises de difratometria raios-X foram detectadas partículas monoclinicas nos espécimes jateados e ocorreu uma transformação inversa (monoclinica  $\rightarrow$  tetragonal) nas amostras atacadas termicamente, que diminuiu a resistência a flexão no experimento. O jateamento com  $\text{Al}_2\text{O}_3$  110  $\mu\text{m}$  degradou a cerâmica diminuindo a sua confiabilidade. No entanto, o jato de areia com  $\text{SiO}_2$  de 30  $\mu\text{m}$  e de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  50  $\mu\text{m}$  permitiu a transformação de fase inferior, prevendo melhor confiabilidade e melhorando as propriedades mecânicas do material [83].

Campos (2016), realizou um estudo de um compósito a base de alumina acrescido em diferentes percentuais (25, 30 e 35%) de zircônia estabilizada com céria (ZPEC) e com diferentes temperaturas de sinterização, visando avaliar as propriedades mecânicas e melhorá-las. As caracterizações das amostras foram feitas por densidade relativa, dureza Vickers, tenacidade a fratura, resistência a flexão, choque térmico e desgaste erosivo da superfície. Segundo a autora, a adição de ZPEC a matriz de alumina produziu um aumento progressivo das densidades, resultando em porosidades abaixo de 1%, e resistência a flexão. A adição de uma segunda fase a matriz não alterou a tenacidade do material, no entanto, o aumento da temperatura (para 1500 °C e 1600 °C) resultou em um aumento da tenacidade a fratura, maior resistência mecânica e maiores durezas. A taxa de erosão dos materiais se mostrou decrescente a medida em que se acrescentou a zircônia na composição e também com o aumento da temperatura, variando de  $1 \times 10^{-3}$  a  $1,5 \times 10^{-5}$  [43].

Santos (2012) e Santos et al. (2021) avaliaram os efeitos da degradação hidrotérmica nas propriedades mecânicas de cerâmicas comerciais. Santos (2012) avaliou os efeitos em três cerâmicas comerciais de 3Y-TZP, ProtMat Materiais Avançados LTDA (Brasil), Ivoclar Vivadent AG (Schaan/Liechtenstein) e VITA Zahnfabrik H. Rauter GmbH & Co. KG (Bad Säckingen, Alemanha). E Santos et al. (2021) realizou o estudo em dois compósitos diferentes, zircônia estabilizada com ítria e céria com plaquetas de alumina ((Ce,Y)-TZP /  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e zircônia parcialmente estabilizada com ítria (3Y-TZP) [38,84].

Em suas caracterizações, Santos (2012) concluiu que uma maior temperatura de sinterização não evidencia diferenças significativas de densificação e de tamanho de grão. Ambos tiveram uma alta densificação, maior que 99% e os grãos estão na média de  $0,5 \mu\text{m} \pm 0,1$ . Antes da degradação hidrotérmica, houve uma identificação de fases monoclinicas presentes nos corpos de prova, variando de 3,5 a 5,9% nas amostras sinterizadas. A degradação hidrotérmica promoveu uma transformação t-m parcial, sendo o grupo Protmat 1500 °C e 1530 °C o que teve menor percentual de transformação.

Os valores de resistência mecânica a flexão aumentou com a degradação hidrotérmica, com exceção do grupo Ivoclar. Foi observado que após a degradação, quanto menor o tamanho médio de grão, menores os percentuais de fase monoclinica e maiores os valores de resistência à flexão [39].

Os autores Santos et al. (2021) dividiram cada compósito estudado ((Ce,Y)-TZP /  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 3Y-TZP) em dois grupos. Um com as superfícies originais e o outro com superfícies polidas e ambos foram expostos a degradação hidrotérmica. A exposição do compósito 3Y-TZP causou uma transformação t-m superficial, dando origem a microtrincas nos contornos de grãos, essas microtrincas geradas, segundo os autores, atuam como fonte de tensões compressivas, no entanto, o compósito (Ce,Y)-TZP/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  apesar da exposição prolongada não houve a transformação t-m. Quando comparados as propriedades mecânicas de um material com o outro, Santos et al. concluiu que a adição de plaquetas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  revelou um aumento da dureza, módulo de elasticidade e da tenacidade, que por sua vez foi consideravelmente maior. Os valores de resistência a flexão e módulo de Weibull foram próximos para ambos corpos de prova [84].

Além das caracterizações microestruturais e dos testes de propriedades mecânicas como dureza e tenacidade a fratura, ensaios de fadiga foram feitos por Bicalho em 2013, Souza et. al em 2014 e Souza 2014, com materiais diferentes, mas com matriz de zircônia [16,68,75].

Em 2013, Bicalho avaliou a fadiga cíclica em dois compósitos cerâmicos com matriz de zircônia parcialmente estabilizada com ítria e contendo 15% de fase monoclinica residual, e adicionando 3% e 5% em peso de biovidro. Os módulos de ruptura encontrados pelo autor foram de  $453 \pm 74$  MPa e  $363 \pm 54$  MPa, respectivamente. Os resultados para o limite de resistência a fadiga apontam para 220 MPa para ambos os materiais, correspondendo a 50% e 65% do módulo de ruptura das composições com 3% e 5% em peso de biovidro [68].

Souza (2014) avaliou a resistência a fadiga cíclica de uma cerâmica de zircônia tetragonal pré-sinterizada (3Y-TZP). O módulo de ruptura encontrado para a composição foi de 880

MPa, e o limite de resistência a fadiga representa aproximadamente 62,5% do módulo de ruptura, sendo de 530 MPa. Em análises difratométricas de raios-X foram evidenciadas uma transformação de fase t-m devido ao carregamento do ensaio [16].

Souza et al. (2014) realizou um estudo onde foi investigada a previsão de vida em fadiga cíclica do compósito contendo 80% de  $ZrO_2$  e 20% de  $Al_2O_3$ . As análises difratométricas indicaram transformação de fases t-m devido ao carregamento estático e cíclico, evidenciando a transformação martensítica. O módulo de ruptura encontrado foi de  $680 \pm 35$  MPa e o limite de resistência a fadiga é de 430 MPa, ou seja, aproximadamente 64% da resistência estática por flexão. Devido ao alto espalhamento dos dados de fadiga, as análises de Weibull apresentaram baixos valores de m. Os autores informam que apesar da suscetibilidade do crescimento sub-crítico de trinca, componentes com estruturas do compósito  $ZrO_2 - Al_2O_3$ , se o diâmetro estrutural for projetado adequadamente, podem exibir vidas longas, sendo maiores que 20 anos [75].

E no presente trabalho será avaliada a microestrutura do material de uma nova composição de  $Al_2O_3-ZrO_2$  dopada com ítria e céria reforçado com plaquetas de alumina, e caracterizar a influência da adição do teor deste novo compósito de zircônia nas propriedades mecânicas e no limite de resistência a fadiga de compósitos cerâmicos  $Al_2O_3-ZrO_2$ .

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 FLUXOGRAMA DE ATIVIDADES

A metodologia experimental do trabalho foi conduzida de forma a possibilitar a avaliação mecânica dos compósitos de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$ , com diferentes percentuais (5, 10, 15, 20 e 100%) em peso de pós cerâmicos de  $\text{ZrO}_2 - 6-10\% \text{p } \text{Y}_2\text{O}_3 + \text{CeO}_2$  reforçado com plaquetas de alumina. Os CP's foram desenvolvidos por meio da utilização da metalurgia do pó nos laboratórios de pesquisa da Universidade de Brasília. Neste capítulo estão detalhados os passos para elaboração dos CP's e testes realizados, como mostra a Figura 33.

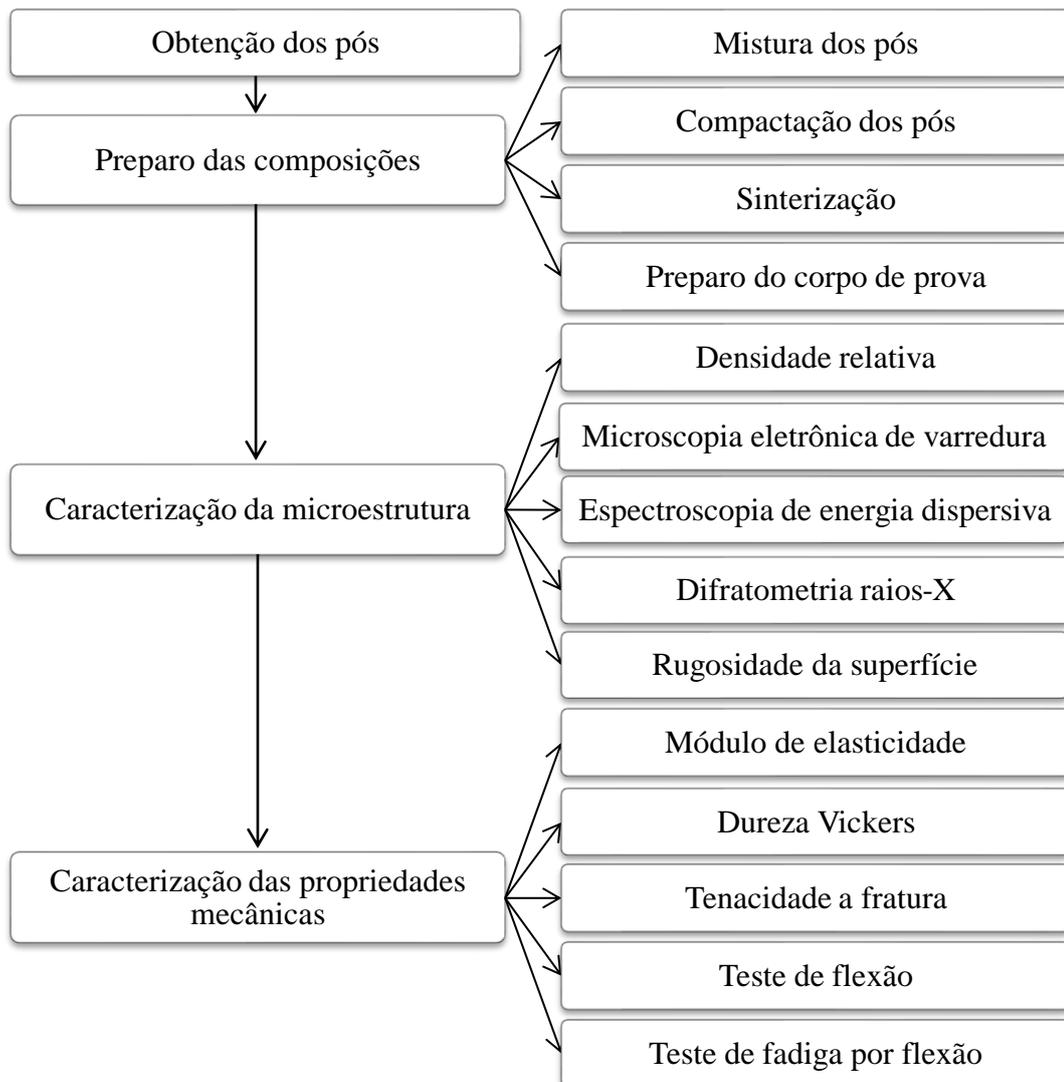


Figura 33 – Fluxograma de atividades desenvolvidas na pesquisa.

### 3.2 OBTENÇÃO DOS PÓS

Para o desenvolvimento do trabalho são utilizados como matérias primas a alumina CT 3000 de Almatís, Estados Unidos da América e a zircônia em pó de Le Pontet, França. O segundo componente trata-se de um pó comercial a base de zircônia estabilizada com ítria e céria e reforçado com plaquetas de alumina, cuja composição fornecida pelo fabricante segue na Tabela 4. Deste ponto em diante será utilizada a nomenclatura ZrI (intense) para este pó.

**Tabela 4 – Composição do pó de acordo com o fabricante [85].**

Material	ZirPro® Intense
Designação	ZrI
ZrO <sub>2</sub> + HfO <sub>2</sub> (%p.)	64.5
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +CeO <sub>2</sub> (%p.)	10.5±0.7
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%p.)	25±1.0
SiO <sub>2</sub> (%p.)	<0.02
Na <sub>2</sub> O (%p.)	<0.02
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%p.)	<0.005
Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	5,40

### 3.3 PROCESSAMENTO DOS PÓS

#### 3.3.1 Preparo das composições

Foram preparadas quatro composições distintas da cerâmica Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrI, com diferentes quantidades de ZrI e uma composição contendo apenas ZrI, como mostra Tabela 5.

**Tabela 5 – Composição nas preparações dos corpos de prova.**

Corpos de prova	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (%p.)	ZrI (%p)
A	95	5
B	90	10
C	85	15
D	80	20
I	-	100

Com base na densidade teórica de cada material e no volume inicial para preenchimento da matriz de compactação, foi calculada a massa necessária para obtenção de um corpo de prova, conforme a Equação 16.

$$\rho = \frac{m}{v} \quad (16)$$

Afim de que se ocupasse 50% do volume da polpa de moagem, contando com o volume das esferas de colisão, o valor da massa encontrada para obtenção de um corpo de prova foi multiplicado à quantidade de CP's desejados, resultando na massa total da composição ( $m_t$ ). A Equação 17 demonstra como foi calculada as massas de cada material, onde X% representa a porcentagem de  $Al_2O_3$  utilizada na composição em questão, e Y% a quantidade de ZrI.

$$m_t (\text{composição}) = (X\% \times m_t) + (Y\% \times m_t) \quad (17)$$

A pesagem das massas utilizadas para preparação das composições foi realizada em uma balança digital de precisão com aproximação de  $1,0 \times 10^{-4}$  g, como mostra a Figura 34.



Figura 34 – Balança digital de precisão utilizada.

### 3.3.2 Mistura dos pós

O moinho é um equipamento rotativo que contem pós e esferas que trabalhando através de colisões das esferas com os pós causam a quebra das partículas reduzindo assim uma menor granulometria.

Com a finalidade de reduzir o tamanho das partículas e homogeneizar a mistura, os pós foram adicionados ao moinho de atrito de alta energia, disponível na Universidade de Brasília, por 1 hora à 250 rpm. Foi utilizado um jarro de alumina de 500 ml, corpos moedores de alumina de 10 mm de diâmetro. As condições utilizadas na moagem das composições foram obtidas na literatura, para moagens de cerâmicas.

A Figura 35 (a) mostra imagem do moinho de atrito de alta energia da Universidade de Brasília. No recipiente mostrado na Fig. 35 (b) é colocado os pós cerâmicos onde foi efetuada a mistura e a moagem dos mesmos, e os parâmetros como duração, rotação por minuto e tempo de parada pode ser controlado no painel de controle mostrado na Fig. 35 (c).

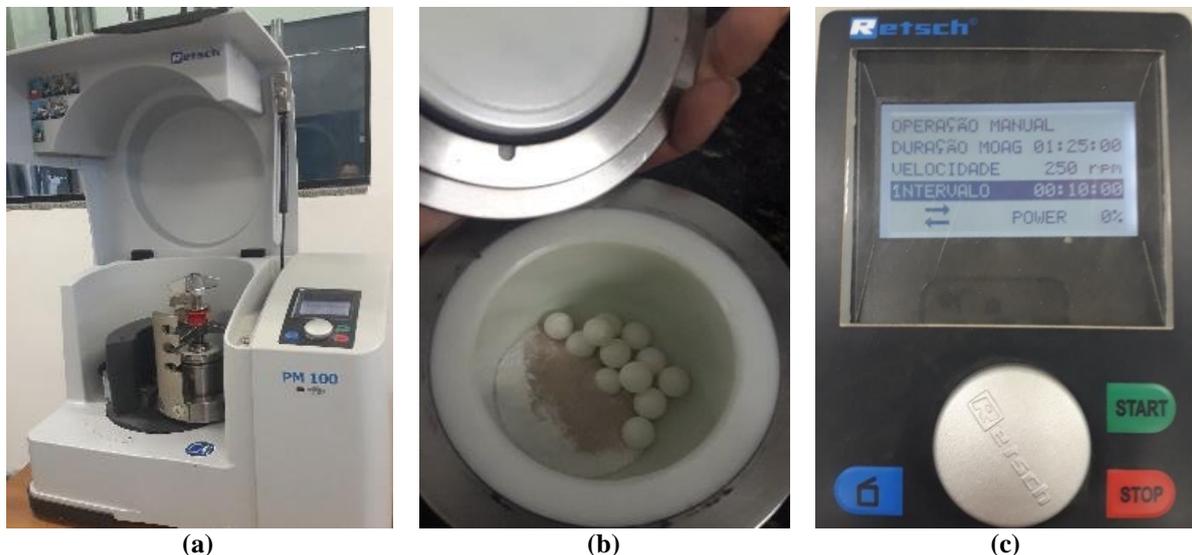


Figura 35 – (a) Moinho de atrito de alta energia da Universidade de Brasília, (b) recipiente de moagem e mistura de pós cerâmicos e (c) painel de controle dos parâmetros.

### 3.3.3 Prensagem / Compactação

A fim de viabilizar a conformação dos pós, o ligante utilizado foi o álcool polivinílico (0,04%), e o lubrificante utilizado na matriz foi o WD 40.

A técnica utilizada para conformação dos corpos de prova foi a prensagem uniaxial por ser de baixo custo, rápida e de fácil realização. Os pós para os CP's foram compactados uniaxialmente a 100 MPa por 60 segundos. Neste trabalho, utilizou-se a prensa hidráulica Marcon MPH-10 com capacidade de 10 toneladas, e a matriz continha duas punções moveis e camisa flutuante. A Figura 36 ilustra o processo de prensagem.

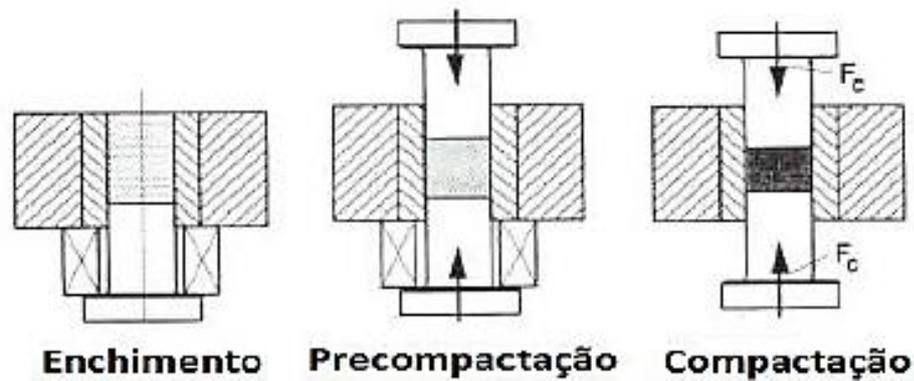


Figura 36 - Prensagem uniaxial do pó cerâmico [47].

### 3.3.4 Sinterização

Em um forno *Nabertherm* com controlador P310, os CP's foram sinterizados com taxa de aquecimento de  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  com isoterma de 1 hora, seguido de uma taxa de aquecimento de  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$  com mais uma isoterma de 1 hora para retirada dos aditivos poliméricos e uma taxa de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até  $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$  com isoterma de 2 horas. Utilizou-se em seguida taxa de resfriamento de  $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  até a temperatura ambiente, como mostra a Figura 37.

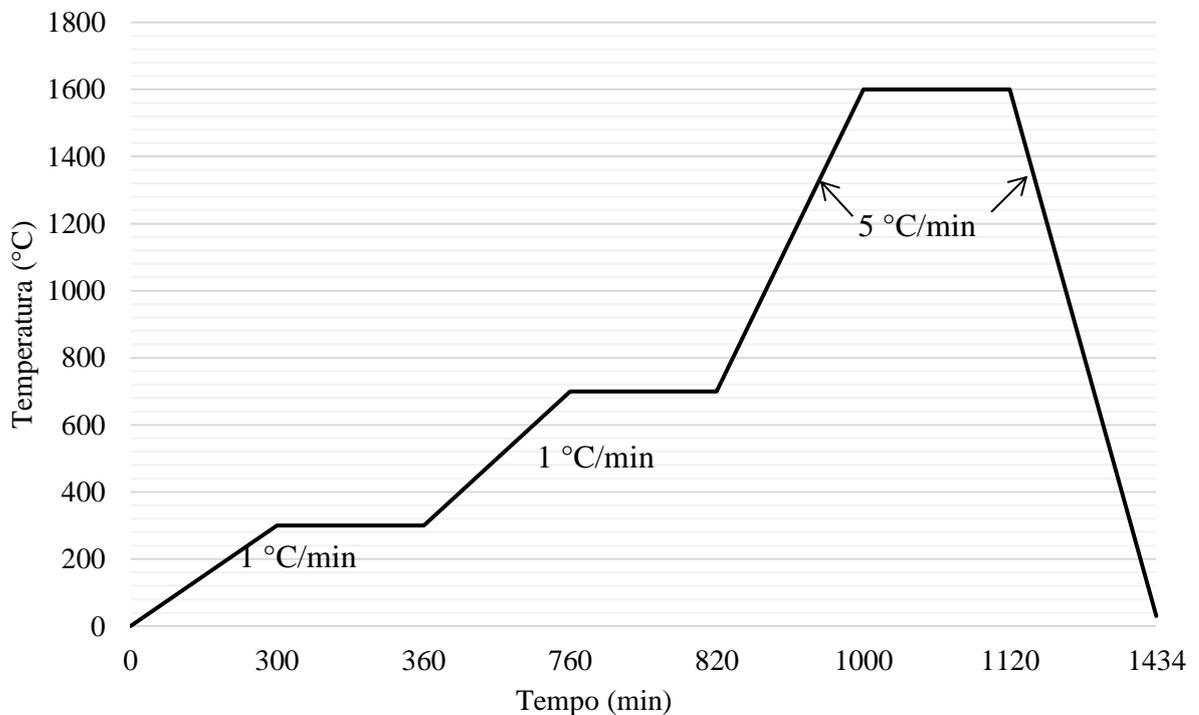


Figura 37 – Gráfico de sinterização dos corpos de prova.

### 3.3.5 Preparo do CP

Para realização da caracterização microestrutural e das propriedades mecânicas, os CP's foram devidamente preparados com as técnicas usuais de preparo metalográfico.

## 3.4 CARACTERIZAÇÃO MICROESTRUTURAL

### 3.4.1 Densidade relativa

A densidade relativa foi calculada pela relação entre a massa específica da cerâmica sinterizada ( $\rho_{\text{ sint }}$ ), obtida pelo princípio de Arquimedes e a massa específica do compósito, calculada com base na regra das misturas, tomando por base as informações cedidas pelo fabricante. Para o cálculo da massa específica pelo princípio de Arquimedes, o CP foi pesado seco, em uma balança digital de precisão com aproximação de  $1,0 \times 10^{-4}$  g. Em seguida, o corpo de prova foi colocado em uma tela metálica, imersa em um recipiente com água destilada a  $20^{\circ}\text{C}$ , sem entrar em contato com o fundo do recipiente, e foi deixado por 24 horas para eliminação do ar nos poros. Em seguida, a massa do corpo de prova imerso foi medida com o mesmo apoiado em um suporte diretamente fixado na balança.

Os valores de densidades teóricas dos pós iniciais de alumina e Intense foram utilizados para cálculo das densidades teóricas dos CP's, conforme as Tabelas 6 e 7. .

**Tabela 6 – Densidade teórica dos pós-partida utilizados no trabalho**

Composto	Densidade teórica (g/cm <sup>3</sup> )
Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	3,90
Intense ((Ce,Y)-TZP/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	5,56

**Tabela 7 – Densidade teórica dos compostos**

Composição	Alumina (% peso)	Intense (% peso)	Densidade teórica (g/cm <sup>3</sup> )
A	95	05	3,98
B	90	10	4,07
C	85	15	4,15
D	80	20	4,23
I	-	100	5,56

### 3.4.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

As microestruturas dos CP's foram observadas por microscopia eletrônica de varredura num microscópio Jeol JSM 7100 F, disponível na Universidade de Brasília.

Os tamanhos médios dos grãos e seus desvios-padrão, foram determinados por meio do *software IMAGE J*. O tamanho médio dos grãos foi feito a partir do diâmetro de Feret com a avaliação de 150 grãos por corpo de prova para obter valores estatísticos adequados.

### 3.4.3 Espectroscopia de energia dispersiva

A Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) foi usada para a identificação dos elementos presentes e o mapeamento de sua distribuição nos CP's [86]. Essas análises foram efetuadas a partir de imagens obtidas no MEV.

### 3.4.4 Difratometria de raios-X

A transformação martensítica pode ser avaliada pela fração volumétrica da zircônia monoclinica em relação ao total de zircônia utilizando a difração de raios-X [87]. No presente trabalho, medidas de difração de raios-X foram realizadas nos CP's tendo como objetivo a determinação e quantificação das fases resultantes do processo de sinterização. As fases presentes nos CP's sinterizadas foram identificadas por difratometria de raios-X, utilizando o difratômetro *Pananalytical*, modelo MRD PRO, disponibilizado pelo laboratório de difração de raios-X do Instituto Militar de Engenharia (IME), com radiação Co- $\alpha$  com varredura entre 20° e 80°, com passo de 0,03°, potência de 40 KV, corrente de 40 mA. Os picos difratométricos foram identificados por comparação com fichas de informação cristalográfica padrão, obtidas na base de dados de estruturas cristalográficas inorgânicas (ICSD- instituto FIZ Karlsruhe-Leibniz). O *software X'pert Highscore plus*, da empresa Panalytical foi utilizado para a comparação dos padrões de difração obtidos com as fichas catalográficas de referência.

#### 3.4.4.1 Quantificação das Fases Presentes

O refinamento da estrutura cristalina e quantificação das fases presentes foram feitas com base no método de Rietveld. Para este estudo foi utilizado o *software FullProf*.

O método de Rietveld tem como base o ajuste de um perfil sobre a difração obtida de forma experimental com um perfil calculado através do método de mínimos quadrados, permitindo a obtenção de resultados quantitativos de fases [81,88].

### **3.4.5 Medidas de Rugosidade Superficial**

A análise de rugosidade das superfícies dos corpos de prova, foi realizada em um Perfilômetro *New View 7100*. Foram analisadas as superfícies polidas e não polidas dos corpos de prova de cada composição. A área de análise foi de  $0,470 \mu\text{m} \times 0,350 \mu\text{m}$ . Os parâmetros de rugosidade utilizados no estudo foram:

Ra – Corresponde à média aritmética dos valores absolutos dos pontos de rugosidade na superfície em análise;

Rz – é a média dos valores dos cinco picos mais altos e dos cinco vales mais profundos ao longo do CP;

PV – Pico e Vale – São os valores médios dos picos e vales no espaço analisado.

## **3.5 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS**

### **3.5.1 Módulo de Elasticidade**

Os módulos de elasticidades dos CP's foram obtidos através de ensaio acústico não-destrutivo utilizando um equipamento de detecção acústica Sonelastic modelo IED para módulos de vibração flexional, torcional, longitudinal e planar, frequência entre 20 e 96 kHz e para módulos de elasticidade na faixa de 0,5 e 900 GPa.

### **3.5.2 Dureza Vickers**

A metodologia utilizada para a determinação dos valores de dureza dos CP's seguiu a norma ASTM C 1327- 15, a qual fornece o método de teste padrão para a obtenção da dureza Vickers de cerâmicas avançadas [54]. Por razões estatísticas, foram realizadas 21 impressões Vickers nas superfícies de cada um dos CP's polidos, com uma carga de 2 kgf, aplicada durante 10 s.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados utilizando-se um microdurômetro da *Emco Test* modelo *DuraScan 20*, com indentador de diamante.

Os resultados foram obtidos utilizando da equação 20:

$$H_V = 0,0018544 \cdot \frac{P}{l^2} \quad (20)$$

Onde, P é carga aplicada [N], l é o valor médio das diagonais impressas (mm) e HV é a microdureza (em GPa).

### 3.5.3 Tenacidade a fratura

A tenacidade à fratura foi calculada a partir dos resultados de dureza, medindo-se o comprimento da trinca em cada vértice das indentações piramidais. As medidas dos comprimentos das trincas e a observação de suas geometrias foram realizadas logo após o ensaio de dureza, buscando evitar o crescimento lento de trinca após a impressão, iniciado pelo campo de tensão que atua após o carregamento [57].

Foi calculado o comprimento médio de trinca para cada uma das 21 indentações para obtenção da tenacidade dos CP's ( $K_{IC}$ ). Para análise das trincas dos corpos de prova foram selecionados os modelos propostos na Tabela 8. A escolha das equações se baseia na razão c/a obtida. A equação proposta por Casellas é indicada para sistema de trincas Palmqvist e a equação proposta por Anstis só deve ser aplicada a sistemas que apresentam trincas do tipo half-penny [37,89].

**Tabela 8 – Equações utilizadas para determinação da tenacidade a fratura**

<b>Tipo de trinca</b>	<b>Condição</b>	<b>Autor</b>	<b>Modelo proposto</b>
Palmqvist	$0,25 \leq c/a \leq 2,5$	Casellas et al. (1981)	$K_{IC} = 0,024 \cdot \left(\frac{E}{HV}\right)^{1/2} \cdot \frac{P}{c^{3/2}}$
Half-penny	$c/a > 2,5$	Anstis, G.R. et al (1981)	$K_{IC} = 0,016 \cdot \left(\frac{E}{HV}\right)^{0,5} \cdot \frac{P}{C^{3/2}}$

No qual,  $K_{Ic}$  é a tenacidade à fratura [ $\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ ],  $E$  é o módulo de elasticidade [ $\text{GPa}$ ],  $HV$ , a dureza Vickers [ $\text{GPa}$ ],  $P$  é a carga de indentação [ $\text{MPa}$ ],  $a$  é a semi diagonal da impressão Vickers [ $\text{m}$ ],  $l$  é comprimento da trinca [ $\text{m}$ ] e  $c$  é a soma de  $a$  e  $l$ .

### 3.5.4 Teste de flexão

Os testes de flexão foram realizados seguindo as orientações da norma ASTM C1161-13, a qual fornece o método de teste padrão para resistência a flexão de cerâmicas avançadas a temperatura ambiente [90].

CP's com dimensões de 5 mm x 5 mm x 45 mm serão testadas por flexão em 4 pontos, com espaçamento entre roletes de 40 e 20 mm e taxa de carregamento de 0,5 mm/min em uma MTS *Landmark* com célula de carga de 5 KN. A fórmula padrão para encontrar a tensão em ensaio flexão de 4 pontos está descrita na norma e é representada a seguir pela Equação 22.

$$S = \frac{3PL}{4bd^2} \quad (22)$$

Onde,  $P$  é a força de ruptura encontrada no ensaio [ $\text{N}$ ],  $L$  é a extensão externa do suporte [ $\text{mm}$ ],  $b$  é a largura do corpo de prova [ $\text{mm}$ ] e  $d$ , a espessura do corpo de prova [ $\text{mm}$ ].

A Figura 38 representa de uma forma simples como o teste foi realizado com uma viga, dois apoios e dois carregamentos pontuais simétricos. Os pontos localizados acima exercem compressão e os abaixo, tração. O eixo neutro do corpo de prova está na linha central.

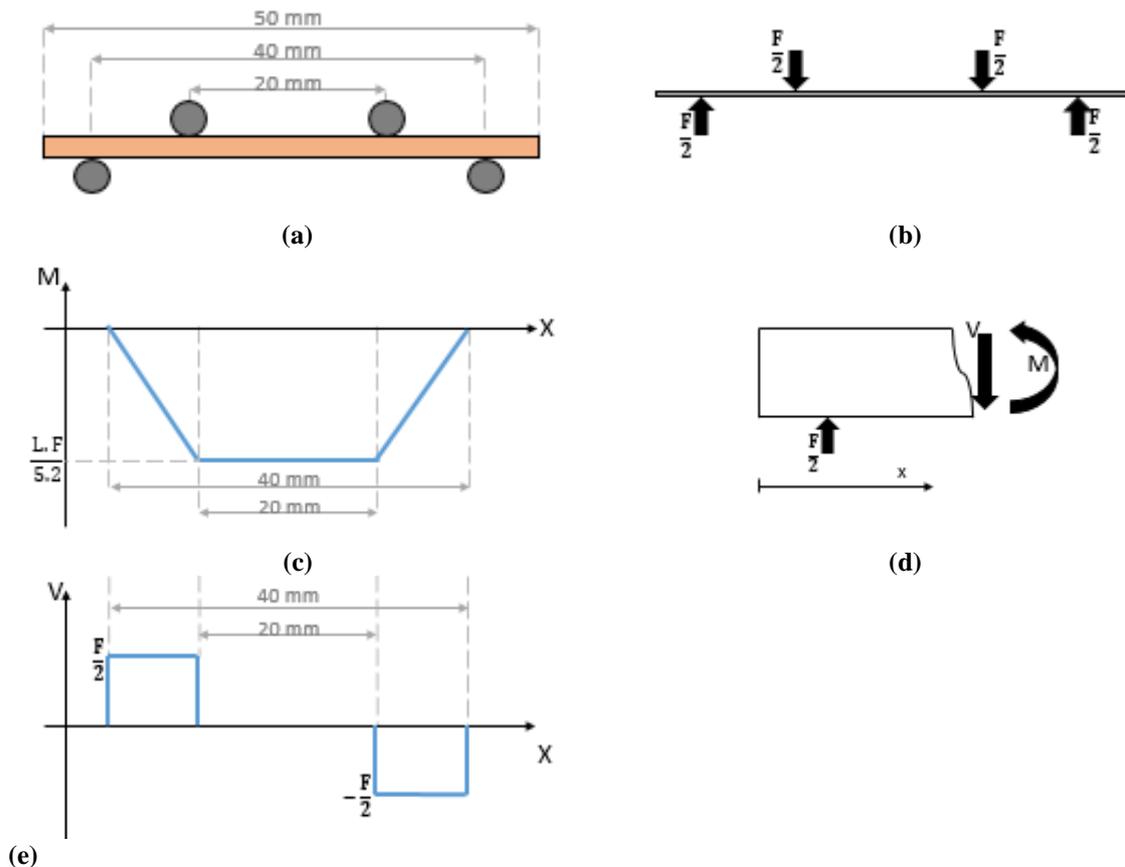


Figura 38 - (a) Representação esquemática das condições de teste; (b) Diagrama de corpo livre; (c) Diagrama de momentos fletores para as condições do teste, (d) Diagrama simplificado de esforços internos, (e) Diagrama de esforços cortantes (DEC).

### 3.5.5 Teste de fadiga por flexão

O ensaio de fadiga consiste na aplicação de carga cíclica no CP. Os testes de fadiga cíclica foram feitos por meio de testes de flexão em 4 pontos na temperatura ambiente e com umidade relativa 60%. As dimensões dos CP's e as condições dos testes são as mesmas dos ensaios de flexão.

A fadiga cíclica foi estudada sob uma condição de tensão em ondas sinusoidais com frequência de 15 Hz e razão  $R=0,2$ . CP's com elevada vida em fadiga tiveram os testes interrompidos em  $2 \times 10^6$  ciclos, valor definido com *run-out*. Após ensaio de fadiga, os CP's que romperam foram preservados para obtenção de imagens da superfície de fratura no MEV.

Para obter uma estimativa do limite de resistência a fadiga do material foi utilizado o método da escada modificado. Inicialmente, foi estipulado com base na literatura, que o limite de resistência a fadiga de uma cerâmica é de aproximadamente 63% da tensão de resistência a tração do material. Então o primeiro valor de tensão a ser ensaiado foi pouco abaixo deste valor.

O objetivo do método é obter pelo menos uma falha e um run-out para cada uma das CP's. Se o corpo de prova sobrevivesse e chegasse ao *run-out* o nível de tensão seria aumentado um incremento, e se ele falhasse, ou seja, se o corpo de prova rompesse, o nível de tensão seria reduzido em dois incrementos, de acordo com as orientações para execução do método.

#### 3.5.5.1 Confiabilidade para o limite médio de fadiga e o desvio padrão

Após calcular a média e o desvio amostrais inicial, é necessário corrigir pelo cálculo da confiabilidade e garantir a que os valores de tensão estão acima do limite de fadiga escolhido. Normalmente o nível de confiança utilizado é de 90%. Isso significa que se os testes forem repetidos estarão acima do valor calculado com o nível de confiança escolhido.

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 4.1 CARACTERIZAÇÃO DA MICROESTRUTURA E DAS PROPRIEDADES

#### 4.1.1 Densidade relativa e retração linear do material

Neste trabalho, foram analisadas cinco composições distintas. Uma das composições contém apenas a zircônia estabilizada com ítria e céria, reforçada com plaquetas de alumina, denominada intense ((Ce,Y)-TZP/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Esta composição será denominada ZrI. Quatro outras composições continham pó de alumina e percentuais variáveis de intense.

Os CP's foram sinterizadas a 1600 °C por 2 horas. Os valores obtidos para a densidade teórica, densidade aparente e densidade relativa do material são apresentados na Tabela 9.

**Tabela 9 – Densidade relativa dos corpos de prova após sinterização.**

<b>Composição</b>	<b>Densidade teórica (g)</b>	<b>Densidade aparente (g)</b>	<b>Densidade relativa</b>
<b>A</b>	3,96 ± 0,01	3,92 ± 0,03	98,98% ± 0,71
<b>B</b>	4,03 ± 0,03	3,93 ± 0,04	97,62% ± 1,20
<b>C</b>	4,07 ± 0,03	3,99 ± 0,05	98,01% ± 0,77
<b>D</b>	4,15 ± 0,02	4,06 ± 0,05	97,93% ± 1,14
<b>I</b>	5,39 ± 0,04	5,27 ± 0,07	97,71% ± 1,18

A partir dos dados da Tab. 9, observa-se que as densidades relativas das composições são superiores a 98% nas composições A e C, e nas demais composições, a densidade é superior a 97%. No entanto, os desvios padrão destas são maiores, aproximando as densidades relativas entre as cinco composições. A ausência de porosidade aberta ou poros de tamanho crítico, a qual será observada posteriormente, indica que a porosidade residual destes materiais está uniformemente distribuída em seu volume.

O maior valor de densidade teórica e de densidade relativa nos compósitos com matriz de alumina, foi a amostra D, com 20% de ZrI, indicando que o aumento de intense a matriz de alumina contribuiu para que o material apresentasse maior densidade, no entanto, o maior valor de densidade relativa obtida foi a do corpo de prova A. Observa-se que não há diferença significativa entre as densidades a medida em que se adiciona intense na matriz de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Tais resultados indicam que a presença de intense na matriz de alumina não contribui para sua densificação.

A densidade é um fator de elevada importância nas propriedades mecânicas do material, influenciando diretamente a dureza, a tenacidade a fratura e a resistência a flexão. Os poros presentes em um corpo de prova funcionam como concentradores de tensão e ainda diminuem a sua área resistente. Sendo assim, quanto mais densas as cerâmicas forem mais elas exibirão propriedades mecânicas superiores [37].

Os índices de retração podem ser associados com a eliminação de poros existentes no corpo de prova. A etapa da sinterização é caracterizada pela formação e crescimento de pescoços e pelo transporte de massa por volume, com conseqüente aumento das taxas de retração, e por conseqüência a porosidade antes aberta, será praticamente eliminada. Os índices de retração linear dos CP's após a sinterização são apresentados na Tabela 10.

**Tabela 10 – Retração linear dos corpos de prova**

<b>Composições</b>	<b>Comprimento</b>	<b>Base</b>	<b>Altura</b>	<b>Volume</b>
A	17,13%	17,25%	15,36%	41,96%
B	17,03%	16,58%	11,58%	38,80%
C	17,23%	16,25%	12,86%	39,59%
D	17,29%	16,47%	12,00%	39,20%
I	19,96%	19,06%	19,81%	48,05%

#### **4.1.2 Microscopia eletrônica de varredura**

Observações das amostras no microscópio eletrônico de varredura, após sinterizadas e recobertas por uma fina camada de ouro revelaram microestrutura refinada, sendo que os compósitos A, B, C e D apresentam grãos equiaxiais de zircônia dispersos em uma matriz de alumina. Os grãos de alumina estão nas formas equiaxiais e colunares, devido a composição inicial da CP. O compósito I, composto apenas de ZrI apresenta uma microestrutura refinada composta por plaquetas finas e alongadas (grãos colunares) de alumina dispersos em meio a uma matriz de zircônia de grãos equiaxiais.

Segundo Moraes, 2004, a diferença em contraste das composições está associada ao número atômico de fases. Números atômicos altos (Zr) retornam imagens claras e números atômicos baixos (Al), imagens escuras [37]. A Figura 39 exemplifica como estão distribuídos grãos equiaxiais e colunares da composição C.

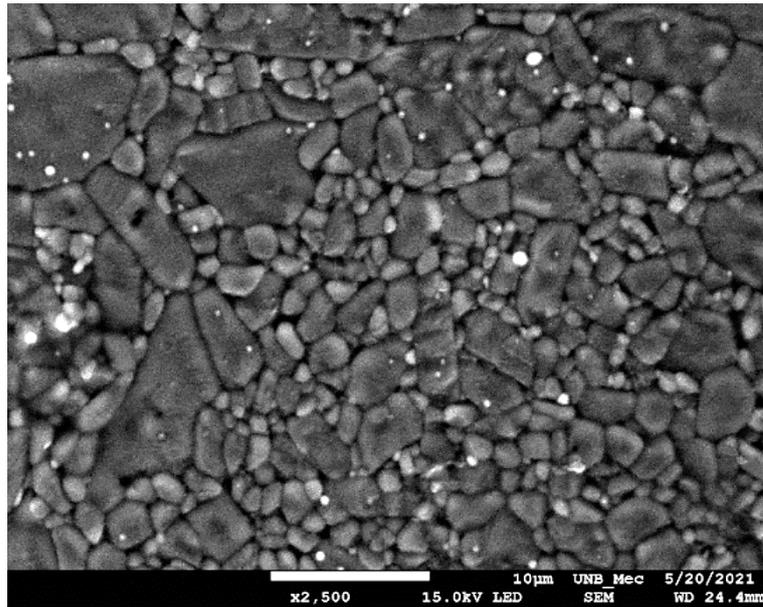


Figura 39 – Distribuição de grãos ao longo do corpo de prova da composição C (85%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 15% ZrI), destacando a alumina como fase escura e a zircônia com fase clara

A Figura 40 apresenta imagens obtidas dos corpos de prova no MEV com a utilização de elétrons retroespalhados.

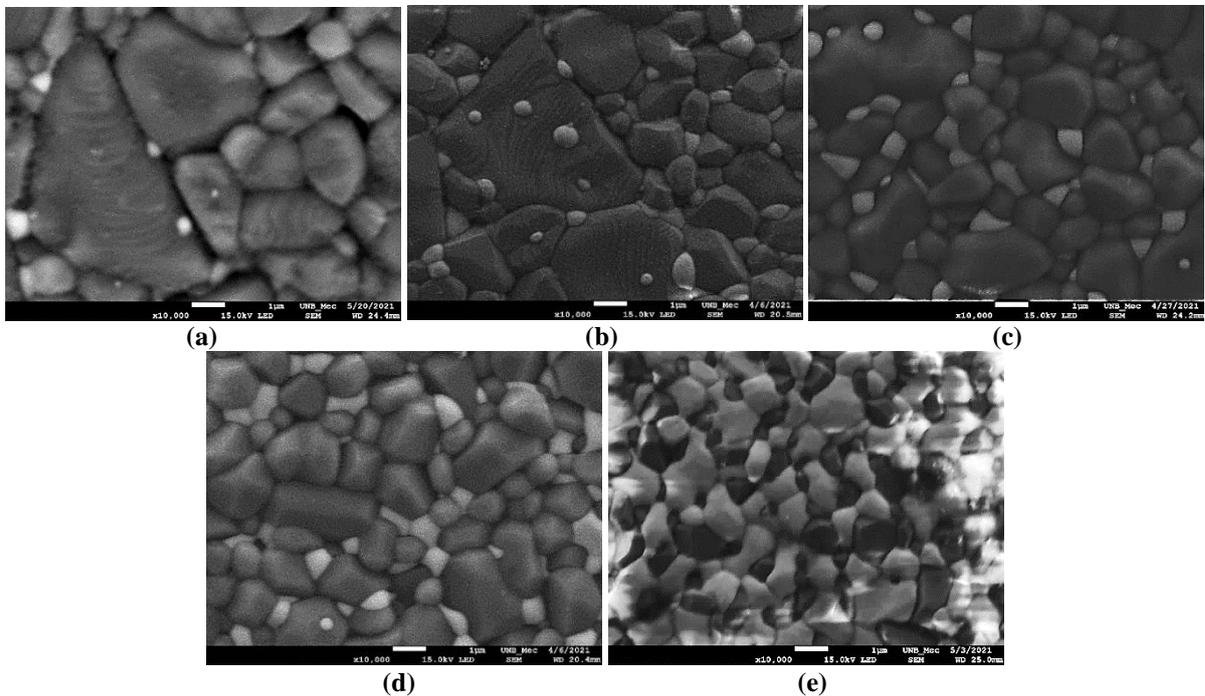


Figura 40 – Micrografias obtidas por MEV dos compósitos (a) A, (b) B, (c) C, (d) D e (e) I, destacando a alumina como fase escura e a zircônia com fase clara

Para obtenção das medidas dos tamanhos de grãos pelo método de Feret, foram utilizadas imagens obtidas no MEV com o mesmo aumento para cada CP. As áreas foram selecionadas aleatoriamente e os valores médios dos grãos foram encontrados a partir de uma análise de no mínimo 150 grãos. Os valores obtidos para os tamanhos médios dos grãos de alumina e zircônia são apresentados na Tabela 11.

**Tabela 11 - Tamanho médio dos grãos de Alumina e Zircônia**

	<b>Alumina (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Zircônia (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
A	1,42 $\pm$ 0,74	0,62 $\pm$ 0,37
B	1,51 $\pm$ 1,07	0,79 $\pm$ 0,32
C	1,67 $\pm$ 0,97	0,89 $\pm$ 0,32
D	1,43 $\pm$ 0,70	0,86 $\pm$ 0,36
I	0,74 $\pm$ 0,31	0,97 $\pm$ 0,49

Pequenas quantidades de uma segunda fase adicionada ao compósito funcionam como um obstáculo, travando os contornos de grão e restringe o crescimento de grão da matriz. Aumentando essa segunda fase no compósito, as partículas formam núcleos, também conhecidos como clusters, que são mais efetivos para travamento do contorno do grão. No entanto, é limitado a solubilidade da zircônia na matriz de alumina [91].

Além da quantidade de uma segunda fase, a tensão requerida para nuclear a transformação de partículas também é fortemente influenciada pelo tamanho das partículas do compósito e do conteúdo estabilizante. O tamanho de grão governa a retenção de fase tetragonal. No CP, em outras palavras, quanto menor o grão, maior a tensão crítica do material pela indução da transformação martensítica [37,91].

Prevenir o crescimento excessivo do grão de alumina é de elevada importância no processo de sinterização do corpo de prova, uma vez que o crescimento exagerado aumenta as tensões entre as partículas e leva a formação de microtrincas no material, funcionando assim como concentradores de tensão. Estudos reportam que a adição de pelo menos 5% de zircônia na matriz de alumina previne o crescimento exagerado da alumina [37]. No presente estudo, com uma sinterização a 1600 °C foi observado um pequeno crescimento nos grãos de alumina. No entanto o CP D, apresentou uma pequena redução do tamanho do grão, se igualando ao tamanho de grão apresentado no CP A.

As Figuras 41 a 45 apresentam os gráficos de percentual do tamanho de grão de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{ZrO}_2$  distribuídos nas composições A, B, C, D e I, respectivamente. A distribuição de grãos nos compostos A, B, C e D apontam para histogramas discretamente diferentes.

Os grãos de alumina que apresentam uma maior dimensão nos compósitos, podem se tratar de grãos de alumina que cresceram excessivamente, grãos que se uniram no processo de sinterização ou plaquetas de alumina que apresentaram uma maior revelação de sua extensão. Todavia os grãos foram observados no MEV e não foram encontradas microtrincas no contorno dos grãos.

O compósito A, composto por 95 % de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 5 % de ZrI, apresenta uma dispersão moderada nos tamanhos dos grãos de alumina. Os menores grãos de alumina no intervalo entre 0,0 e 1,0  $\mu\text{m}$  representam 44,62 % da população dos grãos, sendo a maior no compósito. Os grãos entre 1,1 e 2,0  $\mu\text{m}$  representam juntos 36,92 % dos grãos. 12,31 % dos grãos estão entre 2,1 e 3,0  $\mu\text{m}$ , e os outros 6,15 % estão distribuídos de 3,1 a 3,6  $\mu\text{m}$ . A zircônia por sua vez apresenta grãos menores, sendo que 76,74% dos grãos estão entre 0,2 e 0,5  $\mu\text{m}$ . Com uma menor concentração, os grãos com 0,6  $\mu\text{m}$  representam sozinhos 11,63% e os demais 11, 63% são grãos distribuídos entre 1,3 e 1,9  $\mu\text{m}$ .

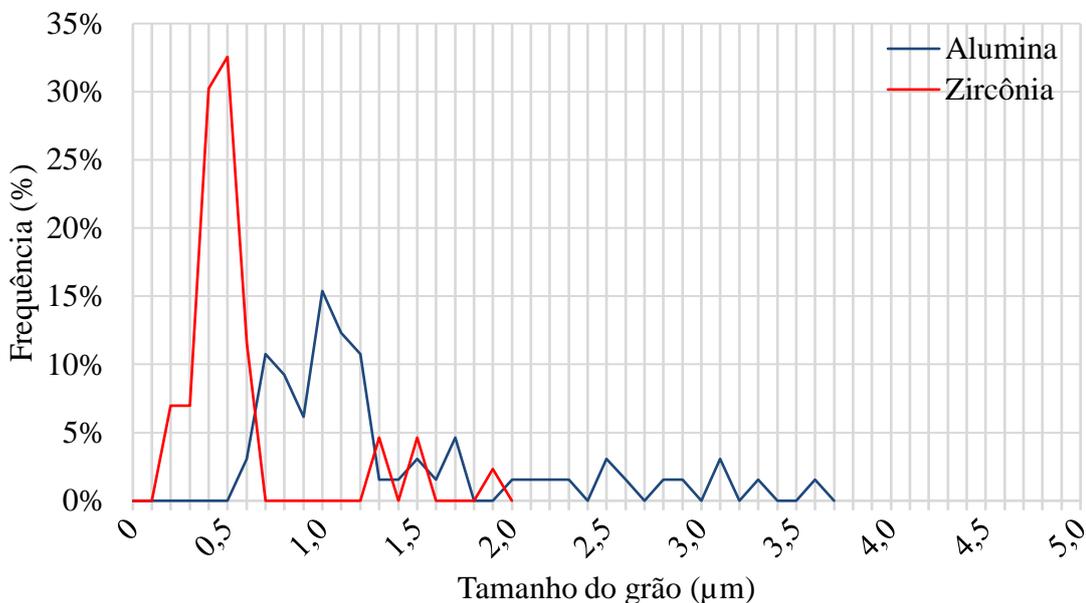


Figura 41 – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição A (95%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / 5% ZrI)

No compósito B, com 90% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 10% de ZrI, os grãos de alumina apresentam uma pequena população de grãos maiores, com 3,9 e 4,2  $\mu\text{m}$ . No entanto estes representam apenas 3,08% dos grãos. Sua maior representatividade de grãos de alumina estão entre 0,0 e 1,0  $\mu\text{m}$ , que juntos somam 43,08% dos grãos, seguidos dos grãos entre 1,1 e 2,0  $\mu\text{m}$  com 36,92%

e finalmente, entre 2,1 e 3,0  $\mu\text{m}$  representam 16,92%. Por sua vez, os grãos de zircônia são menores e 85,71% estão entre 0,0 e 1,0  $\mu\text{m}$ , os outros 14,24% dos grãos estão subdivididos entre 1,1 e 1,8  $\mu\text{m}$ .

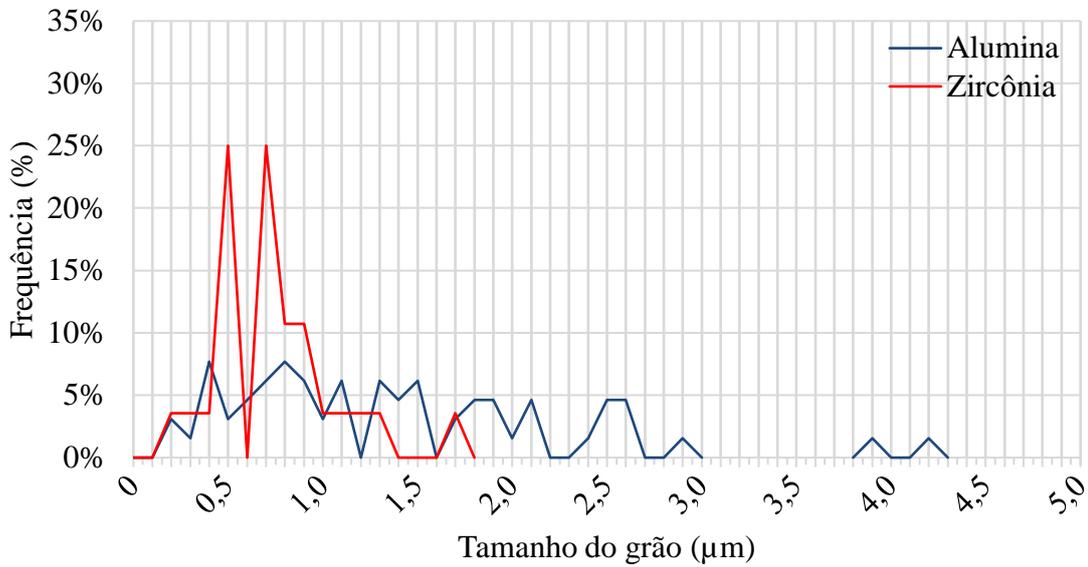


Figura 42 – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição B (90%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / 10% ZrI)

No compósito C, com 85% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 15% de ZrI, 79,14% estão entre 0,0 e 2,0  $\mu\text{m}$ , sendo que 28,22% são os grãos de 0,0 a 1,0  $\mu\text{m}$  e 50,92%, de 1,1 a 2,0  $\mu\text{m}$ . Os grãos entre 2,1 e 3,0  $\mu\text{m}$  representam 14,72%, e os 6,13% restante são grãos entre 3,1 e 4,8  $\mu\text{m}$ . Já os grãos de zircônia têm sua maior porcentagem entre 0,6 e 1,0  $\mu\text{m}$ , com 61,29%, os grãos entre 0,0 e 0,5 e os grãos entre 1,1 e 1,5  $\mu\text{m}$ , representam 17,74% cada um, 3,23% dos grãos tem 1,6 a 2,0  $\mu\text{m}$ .

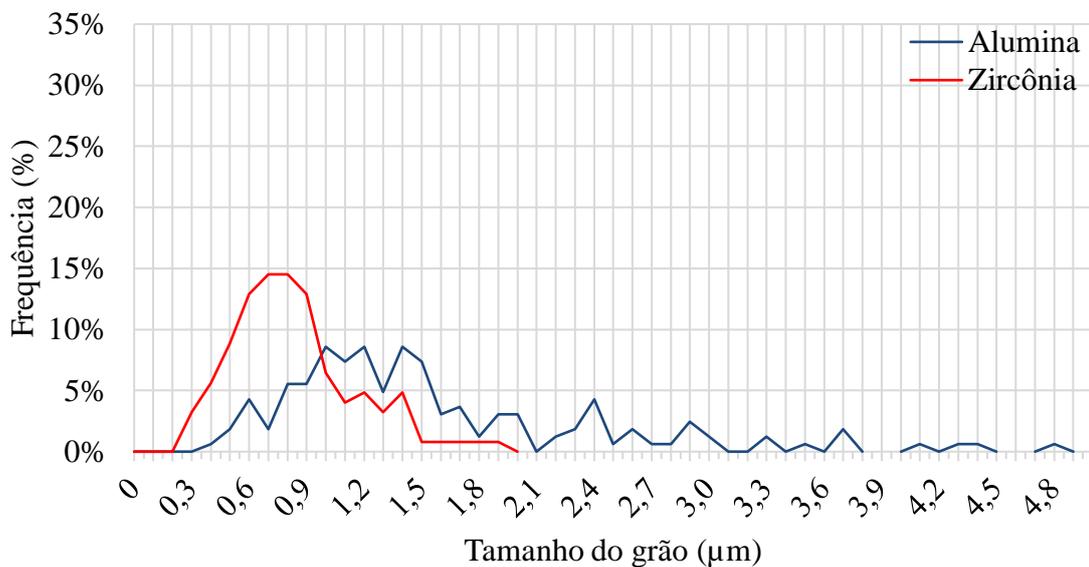
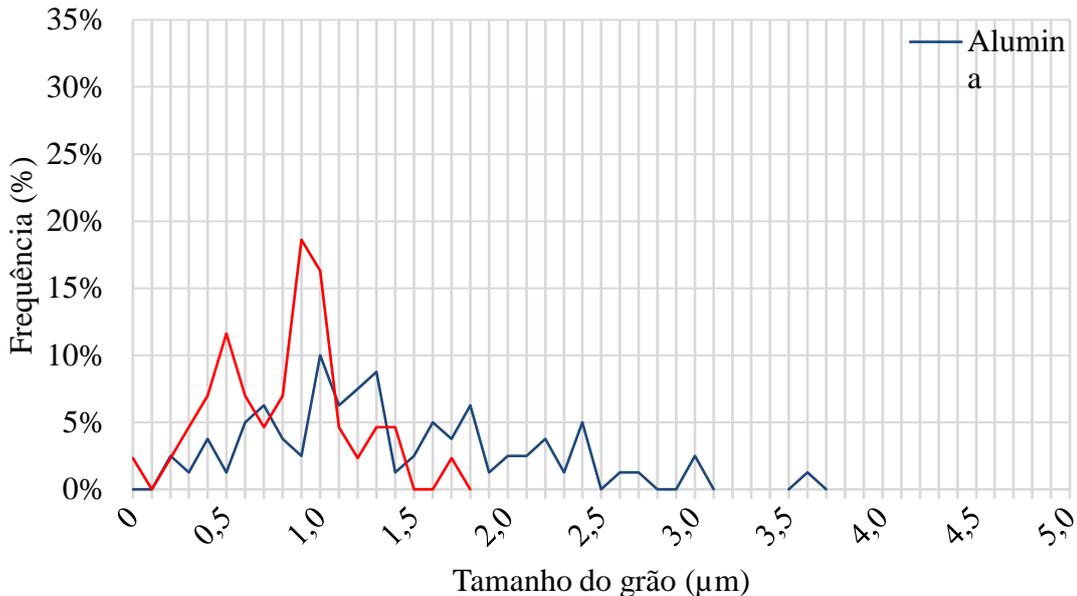


Figura 43 - Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição C (85%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / 15% ZrI)

A composição D, com 80% de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 20% de ZrI, apresenta uma distribuição um pouco mais uniforme dos tamanhos de grãos da alumina. 36,25% dos grãos estão entre 0,0 e 1,0  $\mu\text{m}$ , 45,00% tem entre 1,1 e 2,0  $\mu\text{m}$ , e 18,75% está entre 2,1 e 3,6  $\mu\text{m}$ . Os grãos de zircônia presentes na composição D evidenciam que 27,91% dos grãos tem de 0,1 a 0,5  $\mu\text{m}$ , 53,49% estão entre 0,6 e 1,0  $\mu\text{m}$ , e 18,61%, entre 1,1 e 2,0  $\mu\text{m}$ .



**Figura 44** – Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição D (80%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  / 20% ZrI)

O CP I, composto por 100% de ZrI apresenta a menor dispersão nos tamanhos dos grãos entre todas os CP's. As partículas de zircônia apresentam 23,33% de sua população entre 0,0 e 0,5  $\mu\text{m}$ , 40,67% entre 0,6 e 1,0  $\mu\text{m}$ , 34% entre 1,1 e 2,0  $\mu\text{m}$  e apenas 2% com 2,3 e 2,4  $\mu\text{m}$ . Por outro lado, os grãos de alumina que são adicionadas ao composto em sua fabricação tem 86,11% de suas partículas divididas entre 0,0 e 1,0  $\mu\text{m}$ , 13,19% entre 1,1 e 1,5  $\mu\text{m}$  e 0,69% com 1,7  $\mu\text{m}$ . A pequena dispersão entre tamanhos de grãos de alumina se dá pela alta quantidade de zircônia no sistema. Estas inibem o crescimento dos grãos de alumina. Além disso é possível notar que com o aumento do teor de zircônia em um compósito, ocorre o aumento de tamanho nos grãos de zircônia.

A razão de proporcionalidade de alumina em relação a zircônia, segundo o fabricante, é de 4:1, e em todas as seções analisadas observou-se a homogeneidade de plaquetas no corpo de prova e respeito a razão de proporção.

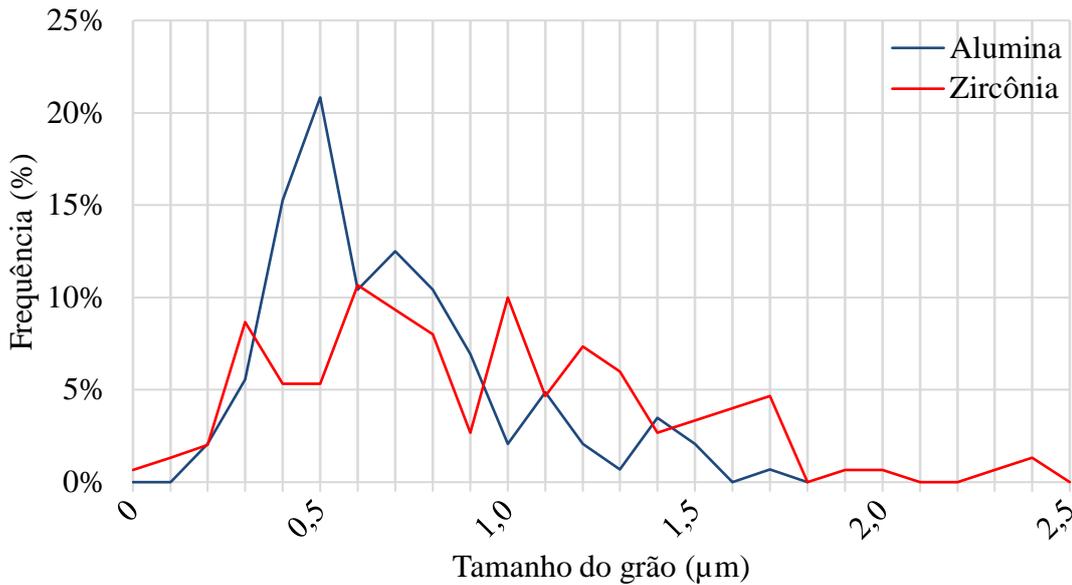


Figura 45 -- Gráfico da distribuição de tamanhos de grãos na composição I (100% ZrI)

O aumento do teor de zircônia na matriz alumina tem como um dos principais efeitos a redução do tamanho de grão da matriz. [31,92-93]. As Tabela 12 e Tabela 13 apresentam as frequências dos tamanhos de grãos de alumina e zircônia, respectivamente, em cada composição. É possível notar que com a adição de zircônia a matriz de alumina, houve uma leve tendência no aumento do tamanho de grão de ambas. Era esperado que os grãos de zircônia tivessem pequeno aumento, no entanto, os grãos de alumina deveriam ter estabilizado ou diminuído, devido a força de compressão que a zircônia exerce na alumina. No entanto essa força não foi o suficiente para conter completamente o crescimento.

Tabela 12 – Frequências dos tamanhos de grãos de alumina por composição.

Alumina				
Tamanho	A	B	C	D
0,0 - 1,0	44,62%	43,08%	28,22%	36,25%
1,1 - 2,0	36,92%	36,92%	50,92%	45,00%
2,1 - 3,0	12,31%	16,92%	14,72%	17,50%
3,1 ...	6,15%	3,08%	6,14%	1,25%

**Tabela 13 - Frequências dos tamanhos de grãos de zircônia por composição.**

<b>Zircônia</b>				
<b>Tamanho</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>
0,0 - 0,5	76,74%	35,71%	17,74%	27,91%
0,6 - 1,0	11,63%	50,00%	61,29%	53,49%
1,1 - 1,5	9,30%	10,71%	17,74%	16,28%
1,6 - 2,0	2,33%	3,58%	3,23%	2,32%

O crescimento excessivo dos grãos introduz defeitos na microestrutura do material prejudicando as propriedades mecânicas. Então é de suma importância a prevenção e controle do crescimento [94,95]. No presente estudo, embora tenha havido um pequeno crescimento de grãos, este não foi excessivo. A zircônia presente na matriz de alumina conteve o crescimento anormal ou exagerado das mesmas.

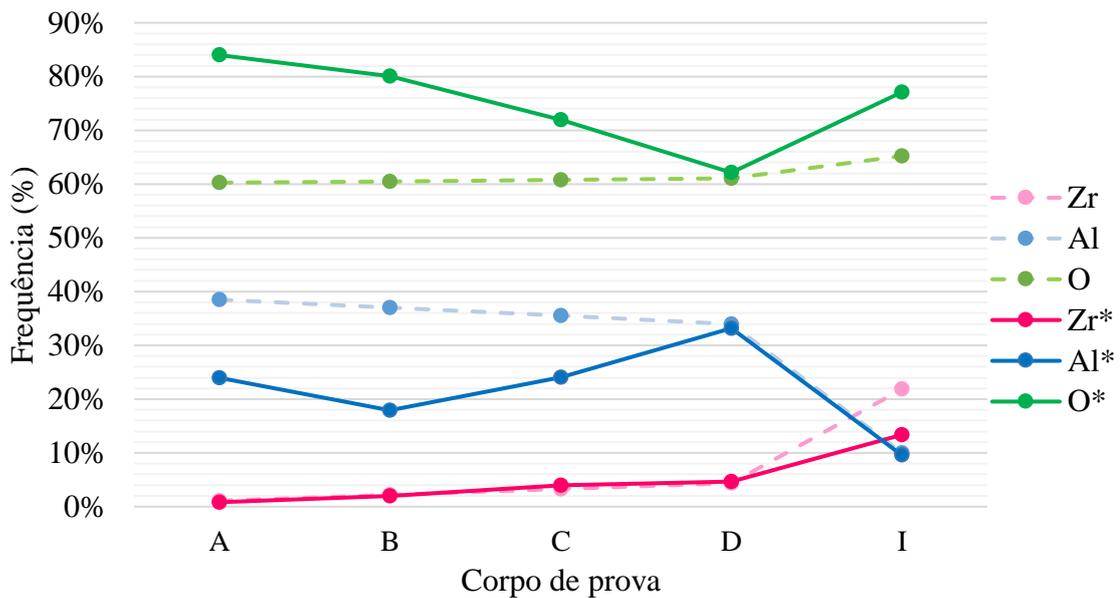
#### **4.1.3 Espectroscopia de Energia Dispersiva**

A Espectroscopia de Energia Dispersiva (EDS) fornece os elementos químicos presentes no compósito. A Tabela 14 apresenta as estimativas das porcentagens que eram esperadas nas composições e o resultado fornecido pela análise de EDS. As estimativas de porcentagens esperadas foram calculadas com base nas informações dos materiais presentes na composição e então foram descritos pela regra das misturas. Nota-se que a porcentagem de zircônio, presente nos CP's A, B, C e D, foram próximos aos valores calculados inicialmente. No entanto o CP I apresentou uma porcentagem inferior de zircônio presente. O elemento Al, nos CP's A, B e C foi menor que o esperado. Porém nos CP's D e I ficou próximo ao calculado. As porcentagens de Oxigênio encontradas nos CP's foram superiores às calculadas, com exceção do CP D que ficou próximo ao esperado. Portanto, o compósito D foi o que mais se aproximou, para todos os elementos envolvidos, dos valores obtidos com os esperados. Os demais elementos tiveram algumas diferenças e algumas semelhanças, sendo que o Zr foi o que obteve maior taxa de concordância entre os valores.

Tabela 14 – Estimativa da porcentagem em peso dos elementos em um compósito e o resultado da análise de EDS.

Composição	Estimativa de %p. em uma composição			Resultado EDS de %p. em uma composição		
	Zr	Al	O	Zr	Al	O
A	1,092%	38,500%	60,261%	0,820%	23,940%	83,990%
B	2,183%	37,000%	60,522%	2,030%	17,900%	80,070%
C	3,275%	35,500%	60,784%	3,990%	24,010%	72,000%
D	4,366%	34,000%	61,045%	4,680%	33,180%	62,140%
I	21,831%	10,000%	65,225%	13,360%	9,560%	77,080%

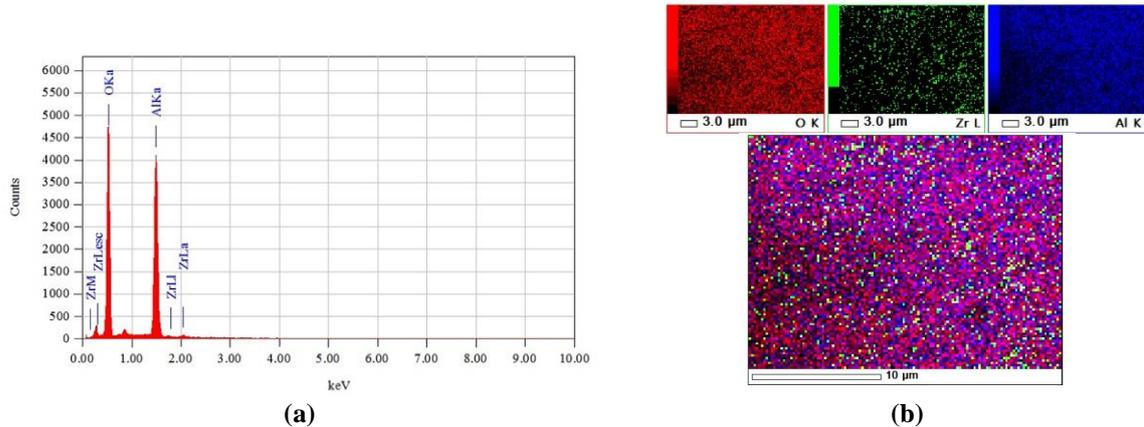
A Figura 46 apresenta um histograma do comportamento percentual entre os elementos, diferenciado pelas cores e entre os valores esperados versus os valores obtidos na análise de EDS, respectivamente, as linhas pontilhadas e as contínuas.



\* Valores obtidos no EDS

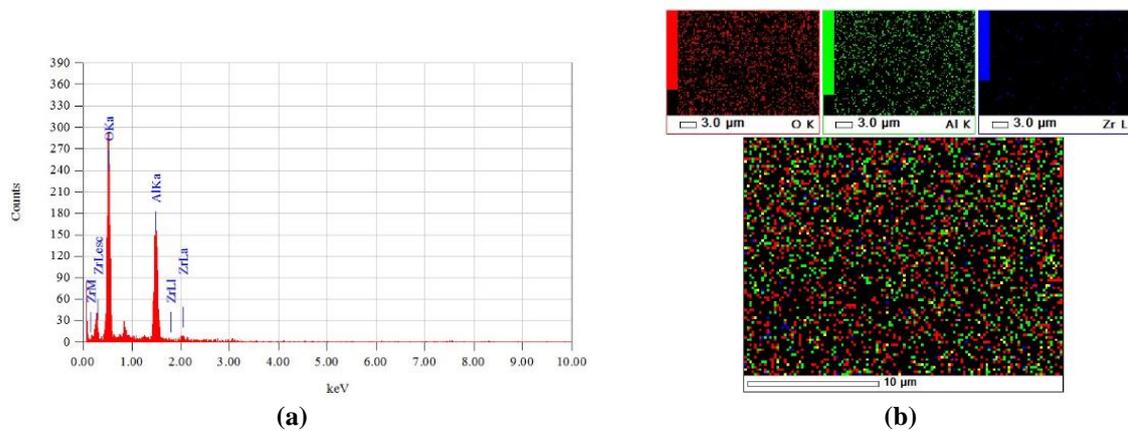
Figura 46 – Gráfico do comportamento percentual entre os elementos e entre os valores esperados e os obtidos na análise de EDS.

O espectro EDS correspondente a composição A, formada por 95% de alumina e 5% de ZrI e o mapeamento das composições no CP são apresentados nas Figuras 47 (a) e (b), respectivamente. Em ambas imagens é possível notar a predominância de Al e de oxigênio na composição, seguido pelo zircônio Zr em uma quantidade significativamente menor.



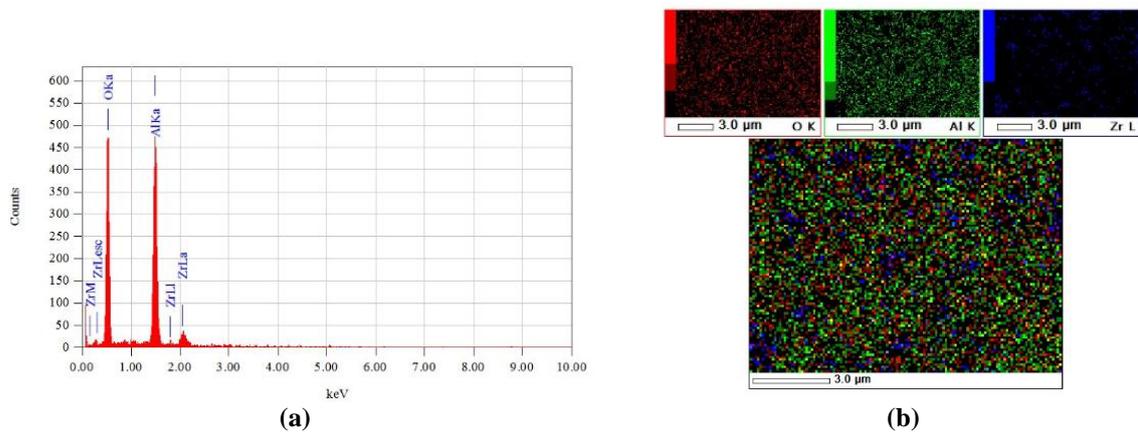
**Figura 47 – Análise química da composição A, onde se observa: (a) espectro EDS da composição A e (b) mapeamento dos elementos presentes.**

A composição B, composta por 90% de alumina e 10% de zircônia, representada na Figura 48 (a) indica que a adição de mais ZrI influenciou o aumento do teor de oxigênio presente em relação aos demais elementos químicos. Essa distribuição é demonstrada na Figura 48 (b) que apresenta a distribuição dos elementos Al, Zr e O.



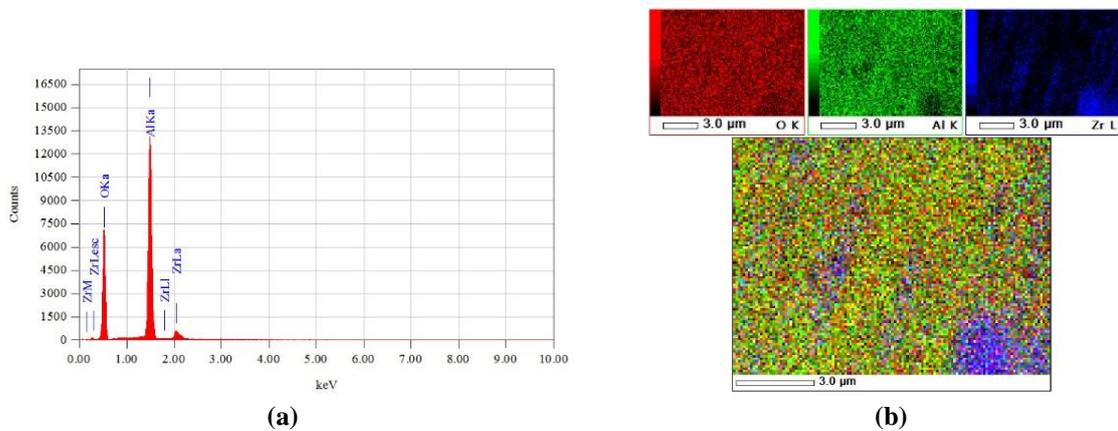
**Figura 48 – Análise química da composição B, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes.**

Na Figura 49 (a) da composição C o histograma apresenta um pico maior de O em relação aos demais componentes. Na Figura 50 (b) a distribuição dos elementos está coerente com o que é apresentado nos cálculos e no resultado da análise de EDS, sendo que o Zr, representado pela cor azul, que apresenta menor frequência, está presente com uma menor distribuição, seguido pelo Al e depois o O.



**Figura 49 – Análise química da composição C, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes.**

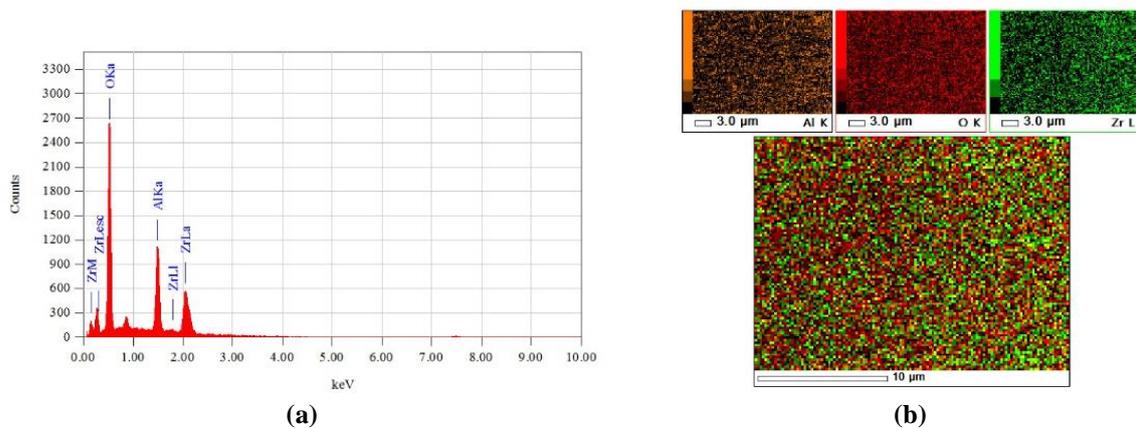
O Composto D, na Fig. 50 (a) apresenta um pico maior de Al. No entanto na Fig. 50 (b) a distribuição adequada está representada. O Zr que aparece em uma menor distribuição no CP. Em seguida o Al, representado pela cor verde e o O, pelo vermelho. As distribuições apresentadas na Figura 51 (b) estão compatíveis ao que foi esperado nos cálculos e o que foi obtido na análise de EDS.



**Figura 50 – Análise química da composição D, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes.**

O composto I, apresenta em sua composição 100% do pó ZrI, segundo o fabricante, este pó é predominantemente composto por  $ZrO_2$  e é acrescentado 25% de  $Al_2O_3$  em forma de plaquetas. Com o cálculo da regra da mistura linear, era esperado uma quantidade de aproximadamente 21% de Zr, 10% de Al e 65% de O. O resultado da análise de EDS obteve dados com diferenças em alguns elementos. O Zr e o O, tiveram diferenças entre resultados, no primeiro era esperado um pouco mais de Zr e no segundo, menos O, na análise. No entanto o Al está adequado ao que foi calculado anteriormente. A Figura 51 (a) apresenta um histograma

que evidencia as diferenças entre as frequências dos elementos. O oxigênio apresenta um maior pico, sendo ele o elemento que tem maior frequência no composto, seguido pelo Zr, que embora não apresente um segundo maior pico, é apresentado em diversos picos, sendo em seu somatório o elemento que depois do O apresenta maior frequência. Em seguida o elemento de Al é apresentado em terceiro lugar. A Figura 51 (b) representa uma distribuição de elementos no elemento, e os resultados obtidos podem ser observados pela frequência em que os elementos aparecem em forma de cores, laranja, vermelho e verde, respectivamente, Al, O e Zr.



**Figura 51 – Análise química da composição I, no qual: (a) espectro EDS da composição e (b) mapeamento dos elementos presentes.**

#### 4.1.4 Difratomia de raios-X

A Figura 52 mostra o difratograma de raios-X nos corpos de prova sinterizados, lixados e polidos, obtidos por meio da análise de superfície para os diferentes compósitos .

Os picos referentes a cada uma das fases apresentadas no difratograma dos corpos de prova foram devidamente identificados e, posteriormente, adequadamente refinados pelo método de Rietveld.

Qualitativamente, os CP's A, B, C e D apresentam picos zircônia fase tetragonal e nenhum traço de zircônia na fase cúbica foi identificado. A alumina identificada nos corpos de prova se apresenta em sua fase mais estável, a hexagonal. O corpo de prova I, com 100% de intenso, apresentou além da zircônia em sua fase tetragonal e a alumina na fase hexagonal, pequenos picos de zircônia monoclinica.

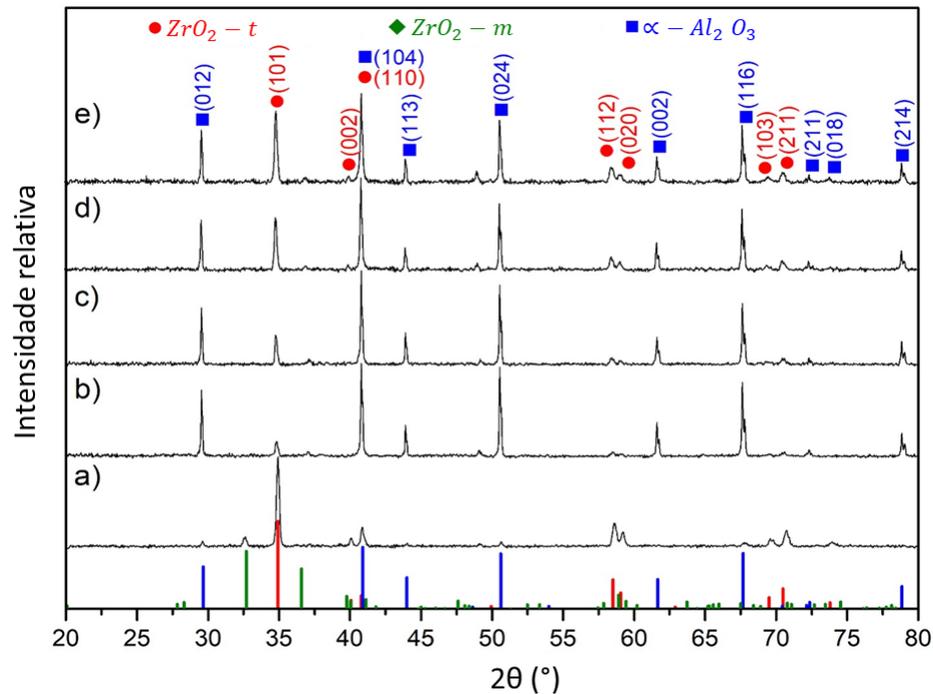


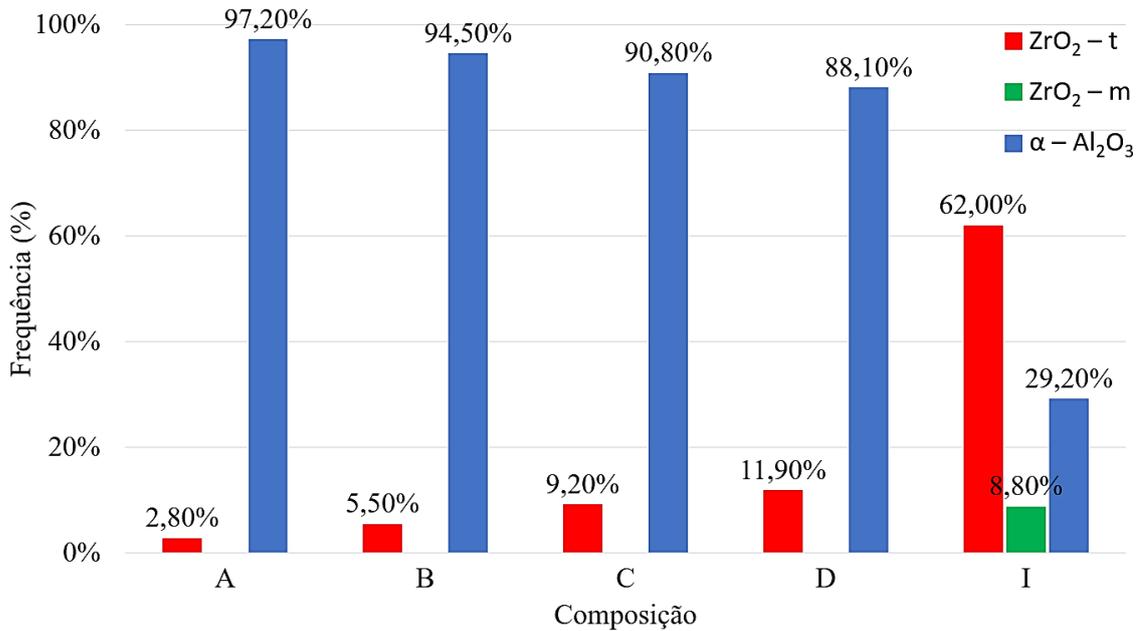
Figura 52 - Resultado da difratometria de raios-X

Dados semelhantes são encontrados na literatura (Wang e Stevens, 1989; De Aza et al, 2002; Moraes, 2004; Sasseron et al. 2006; Santana, 2015; Campos, 2016) em materiais semelhantes, de alumina-zircônia, em que a zircônia se apresenta em sua fase tetragonal e a alumina em sua fase hexagonal.

A Tabela 15 e Figura 53 apresentam a quantificação das fases presentes nos corpos de prova, zircônia tetragonal ( $ZrO_2-t$ ), zircônia monoclinica ( $ZrO_2-m$ ) e  $\alpha$ -alumina ( $\alpha-Al_2O_3$ ) utilizando o método de Rietveld. Os CP's A, B, C e D não apresentaram frações de zircônia monoclinica. Observa-se um aumento gradual da zircônia tetragonal e redução da alumina com o aumento do teor de intense em cada corpo de prova.

Tabela 15 – Análise quantitativa das fases presentes obtidas pelo método de Rietveld

Composição	$ZrO_2-t$	$ZrO_2-m$	$\alpha-Al_2O_3$
A	2,80%	0,00%	97,20%
B	5,50%	0,00%	94,50%
C	9,20%	0,00%	90,80%
D	11,90%	0,00%	88,10%
I	62,00%	8,80%	29,20%



**Figura 53 – Refinamento de Rietveld**

O CP I apresentou uma fração de 8,8% de zircônia monoclinica. Um dos fatores que pode ter influenciado esse aparecimento de zircônia monoclinica é a transformação espontânea que ocorre no corpo de prova durante o resfriamento na sinterização. O material do CP I possui alumina em sua composição e na sinterização ocorre a formação de plaquetas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> que crescem e comprimem os grãos de zircônia. Dessa forma, durante o resfriamento a zircônia pode ter havido uma compressão suficiente para promover em parte dos grãos a transformação tetragonal-monoclinica. Estudos apontam que podem ser gerados de 10 a 100 μm de profundidade de tensões compressivas com a transformação t-m, como visto no item 2.3.1.3 deste trabalho.

#### 4.1.5 Rugosidade superficial

Os grupos de corpos de provas com superfícies como sinterizadas (não polidas) e polidas são apresentados respectivamente nas Tabela 16 e Tabela 17.

Os CP's polidas apresentam superfícies significativamente mais uniformes e planas, em relação aos corpos de prova que não foram polidos. Todos os parâmetros de rugosidade analisados apresentaram mudanças expressivas em relação ao polimento da superfície em todos os corpos de prova.

**Tabela 16 – Parâmetros de rugosidades das superfícies como sinterizadas**

<b>Composição</b>	<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Rz (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Pico (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Vale (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>A</b>	$0,478 \pm 0,041$	$9,213 \pm 0,718$	$4,824 \pm 1,185$	$-5,625 \pm 0,382$
<b>B</b>	$0,477 \pm 0,058$	$8,459 \pm 0,528$	$4,745 \pm 0,283$	$-5,077 \pm 0,552$
<b>C</b>	$0,463 \pm 0,082$	$6,505 \pm 0,800$	$3,927 \pm 0,507$	$-4,279 \pm 0,639$
<b>D</b>	$0,427 \pm 0,032$	$5,310 \pm 1,119$	$4,453 \pm 1,710$	$-3,246 \pm 0,997$
<b>I</b>	$0,361 \pm 0,062$	$5,784 \pm 0,339$	$2,496 \pm 5,778$	$-4,907 \pm 1,082$

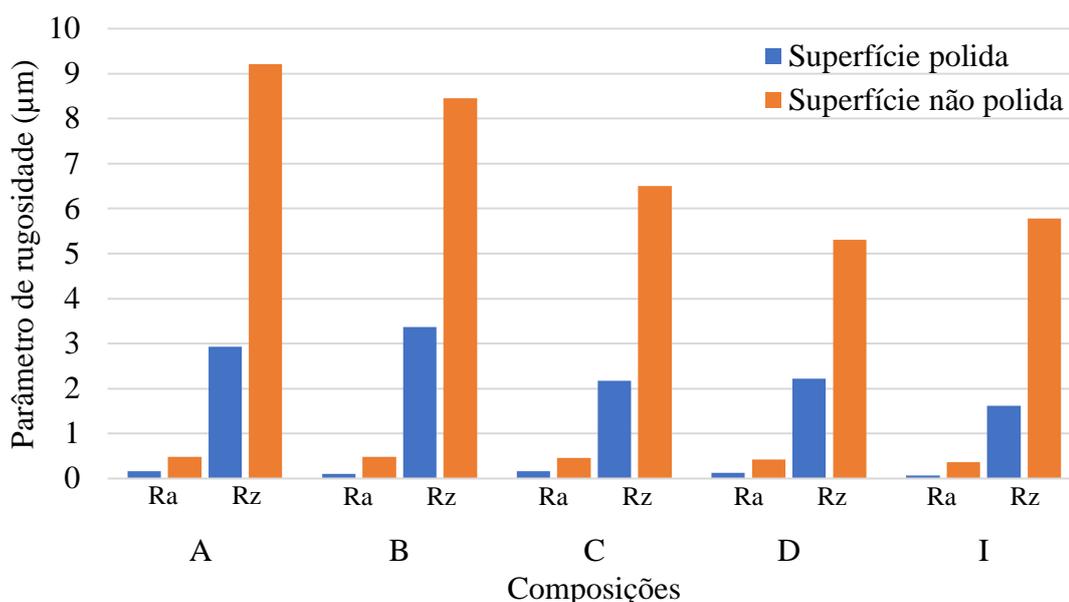
**Tabela 17 – Parâmetros de rugosidades das superfícies polidas**

<b>Composição</b>	<b>Ra (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Rz (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Pico (<math>\mu\text{m}</math>)</b>	<b>Vale (<math>\mu\text{m}</math>)</b>
<b>A</b>	$0,158 \pm 0,024$	$2,925 \pm 0,335$	$2,056 \pm 1,104$	$-2,975 \pm 0,747$
<b>B</b>	$0,102 \pm 0,009$	$3,362 \pm 0,686$	$1,081 \pm 1,070$	$-3,136 \pm 0,321$
<b>C</b>	$0,165 \pm 0,019$	$2,174 \pm 0,246$	$0,858 \pm 0,304$	$-3,316 \pm 0,111$
<b>D</b>	$0,132 \pm 0,005$	$2,220 \pm 0,307$	$2,396 \pm 1,378$	$-1,103 \pm 0,184$
<b>I</b>	$0,065 \pm 0,011$	$1,612 \pm 0,506$	$0,484 \pm 0,192$	$-1,466 \pm 0,481$

O parâmetro de rugosidade média, Ra, nos CP's A, B, C e D, atingiram uma melhora de, respectivamente, 67, 79, 64 e 69%, e o corpo de prova I obteve a melhora mais significativa com o polimento da superfície, sendo ela de 82% com o polimento. O parâmetro de rugosidade média, Rz, também obteve uma melhora significativa, variando entre 58% e 72%. Os resultados medidos indicam que o polimento foi efetivo e melhorou significativamente as superfícies dos corpos de prova.

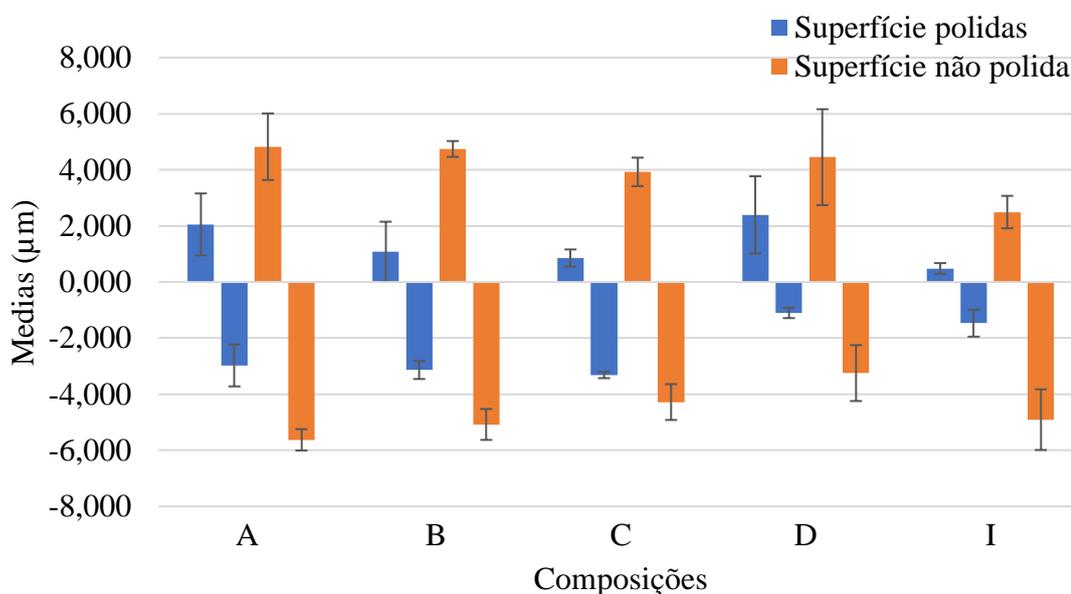
Amarante et. al. (2019) realizou um estudo sobre a influência da rugosidade na resistência a flexão em cerâmicas de zircônia estabilizada com ítria, e foram observadas reduções de 21% a 37% nas resistências a flexão de espécimes não polidos em relação aos espécimes polidos [99].

A Figura 54 apresenta um gráfico onde se pode comparar as rugosidades médias, Ra e Rz. Observa-se que a ordem de grandeza de Rz é claramente maior que Ra. Tal diferença se dá pelo fato de que Ra indica a média da rugosidade em toda área analisada, sendo que picos e vales maiores que apareçam na superfície não alterará em grande proporção a média de Ra, e Rz representa a média entre os cinco picos mais altos e vales mais profundos da área analisada.



**Figura 54 – Parâmetro de rugosidade Ra e Rz das superfícies dos corpos de prova**

Tão importante quanto o parâmetro Rz é o parâmetro PV da superfície. Os picos e vales podem ser observados na Figura 55. Quando grandes picos ou vales são apresentados na superfície do corpo de prova essas alterações podem se tornar grandes concentradores de tensão, fazendo com que os valores de resistência a flexão e de fadiga sejam prejudicados.



**Figura 55 – Picos e Vales das superfícies dos corpos de prova**

A Figura 56 apresenta o mapeamento 3D representativo de rugosidade das superfícies de diferentes materiais, antes do polimento e após o polimento da superfície. Embora os CP's tenham sido polidas ainda apresentam vales e picos na superfície.

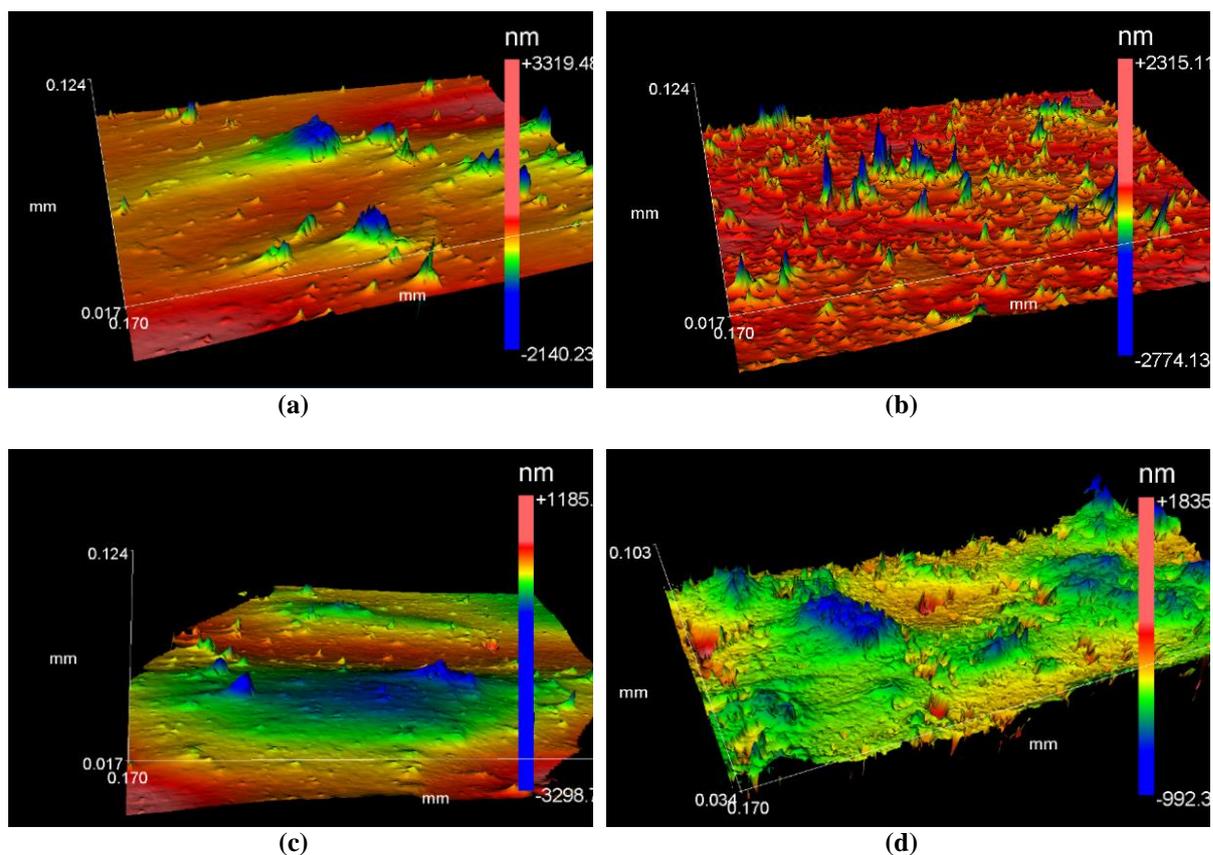


Figura 56 – Mapeamento 3D da superfície de rugosidade dos corpos de prova polidos, onde: (a) Corpo de prova A ;(b) CP B, (c) CP C e (d) CP D.

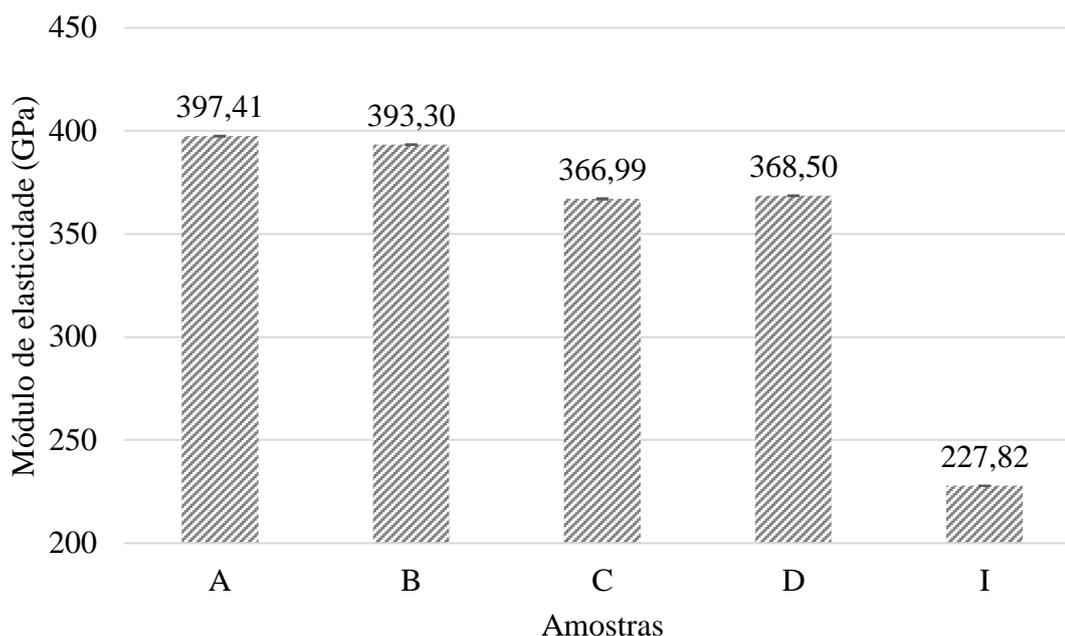
## 4.2 CARACTERIZAÇÃO DAS PROPRIEDADES MECÂNICAS

### 4.2.1 Módulo de Elasticidade

Os módulos de elasticidade das composições e seus respectivos desvios padrão são apresentados na Tabela 18 e Figura 57.

Tabela 18 – Módulo de elasticidade e desvio padrão.

Amostras	Módulo de Young (GPa)	Desvio padrão
A	397	$\pm 0,22$
B	393	$\pm 0,19$
C	366	$\pm 0,30$
D	368	$\pm 0,22$
I	227	$\pm 0,11$



**Figura 57 – Histograma do módulo de Elasticidade.**

As composições A, B, C e D apresentaram um decréscimo do módulo de elasticidade a medida em que se adiciona ZrI ao sistema. Dados que já eram esperados devido ao módulo de elasticidade da zircônia ser menor que o da alumina. Portanto, a medida em que se acrescenta ZrI na matriz de alumina o módulo de elasticidade das composições decresce.

A composição I apresentou um módulo de elasticidade de 227,80 GPa. Já era esperado que seu módulo de elasticidade fosse maior que 200 GPa devido ao acréscimo de alumina na composição.

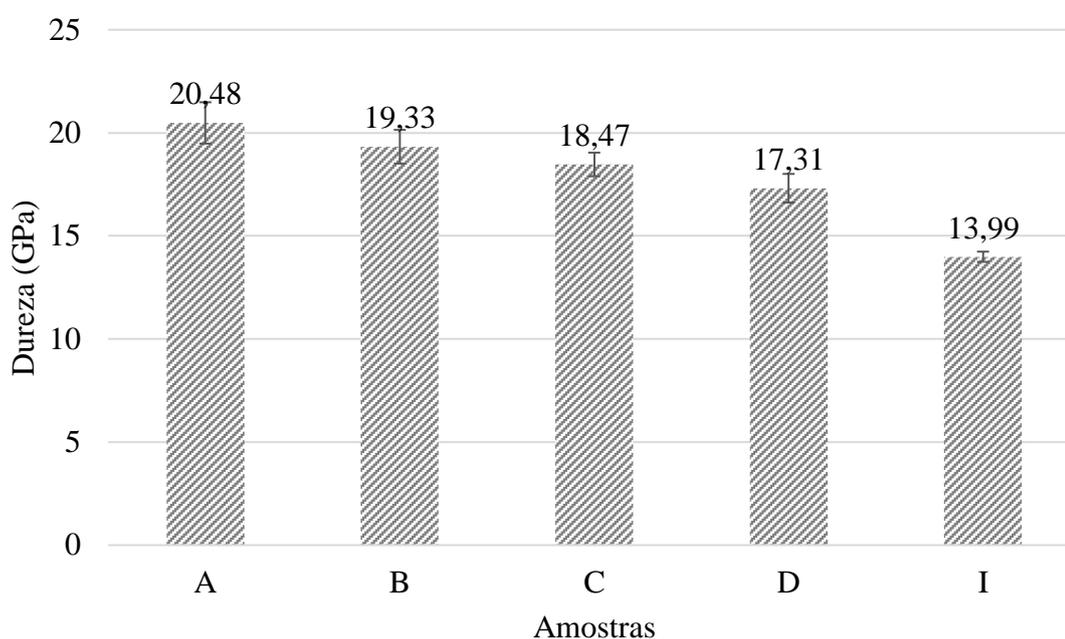
Segundo Moraes, 2004, a medida experimental do módulo de elasticidade fornece informações a respeito do interior do material. A presença de poros e microtrincas reduzem o valor do seu módulo de elasticidade [37].

#### **4.2.2 Dureza Vickers**

Os compósitos foram caracterizados quanto a sua dureza pela técnica de microdureza Vickers. A Tabela 19 e a Figura 58 apresentam os valores médios de dureza e seus desvios padrão obtido para cada composição com aplicação de carga de 2 kgf por 10 s.

**Tabela 19 – Dureza Vickers nos compósitos.**

<b>Amostra</b>	<b>Dureza (GPa)</b>	<b>Desvio padrão</b>
A	20,48	1,00
B	19,33	0,82
C	18,47	0,57
D	17,31	0,70
I	13,99	0,25

**Figura 58 – Histograma da dureza Vickers nas amostras.**

A alumina possui uma dureza mais elevada que a zircônia tetragonal, aproximadamente 22 GPa e 12 GPa, respectivamente. Os resultados obtidos apontam para uma redução da dureza do material em função da adição de intense a matriz de alumina, essa redução ocorre devido ao alto teor de zircônia que está presente no intense, fazendo com que sua dureza seja inferior as demais. Cerâmicas com elevada dureza implicam em boa resistência ao risco e desgaste. Todavia, as cerâmicas com menor dureza são mais indicadas para confecção por usinagem para implantes [37,39,93].

### 4.2.3 Tenacidade a Fratura

A tenacidade a fratura dos diferentes compósitos foi avaliada pelo método da indentação vickers, muito utilizado devido a sua simplicidade para essa finalidade. O indentador Vickers produz trincas nas extremidades da marca produzida. As dimensões dessas trincas podem fornecer a tenacidade a fratura do material utilizando-se formulas específicas. Deve-se primeiramente identificar o tipo de trinca formado que pode ser Half-Penny ou Palmqvist.

Com o objetivo de analisar qual o tipo de trinca gerado na amostra ensaiada neste trabalho, foi avaliada a razão  $c/a$  em cada indentação [60,89]. A Tabela 20 retrata os valores obtidos para a razão  $c/a$  e o sistema de trincas correspondente.

Tabela 20 – Razão  $c/a$  e tipo de trinca

Amostra	$c/a$	Desvio padrão	Tipo de trinca
A	2,74	0,15	Half-penny
B	2,59	0,11	Half-penny
C	2,41	0,13	Palmqvist
D	2,09	0,23	Palmqvist
I	1,51	0,03	Palmqvist

A Figura 59 apresenta as imagens de micrografia obtidas no Microscópio confocal *Olympus Lext OLS4100* das indentações Vickers com carga de 2 kgf para os CP's B e I.

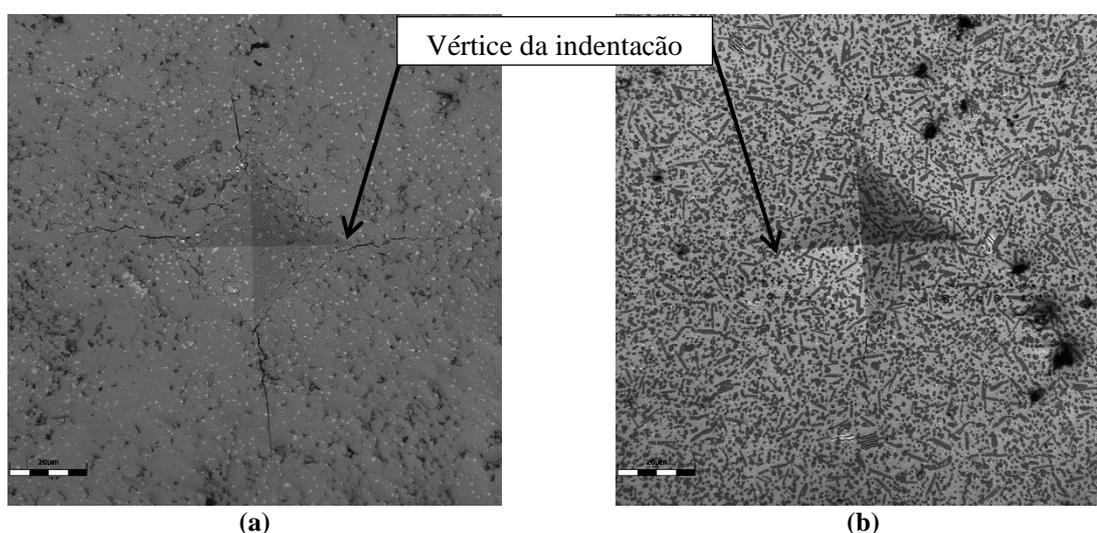


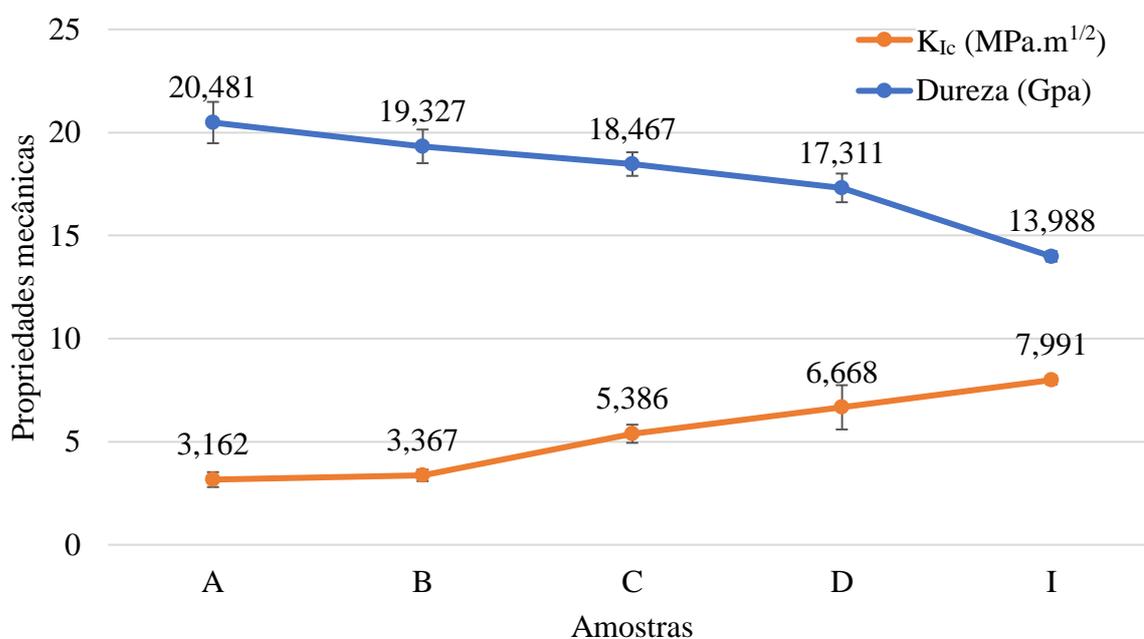
Figura 59 – Indentação Vickers, mostrando: (a) indentação com microtrincas na composição B e (b) indentação com microtrincas na composição I.

A Tabela 21 apresenta os valores dos comprimentos de trincas ( $l$ ) e a tenacidade a fratura dos corpos de prova analisados, utilizando o método da indentação e equações diferentes para os sistemas de trincas Half-Penny e Palmqvist. Para cada corpo de prova, o valor da semi diagonal é aproximadamente constante, variando então o comprimento da trinca e consequentemente aumentando a tenacidade a fratura do material. O comprimento da trinca e a tenacidade a fratura são valores inversamente proporcionais, nos casos avaliados no presente trabalho.

**Tabela 21 – Tenacidade à fratura das CP's.**

Corpo de prova	$K_{Ic}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	D.P
A	3,162	0,361
B	3,367	0,275
C	5,386	0,440
D	6,668	1,074
I	7,991	0,208

Observa-se na Figura 60 uma relação inversa entre a dureza e a tenacidade a fratura com a adição de ZrI na matriz de alumina.



**Figura 60 – Dureza versus tenacidade a fratura**

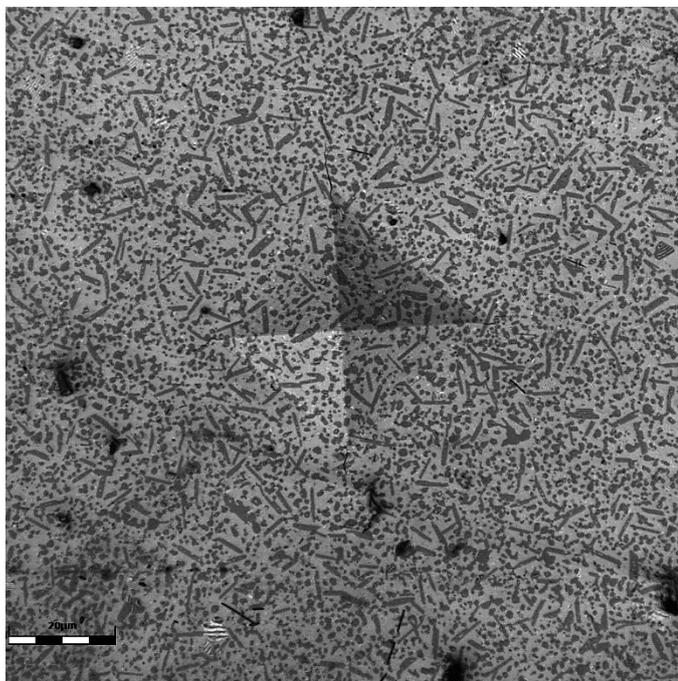
À medida que se adiciona ZrI no compósito, este altera seu comportamento mecânico. Tendo em vista que como o pó de ZrI possui uma alta concentração de zircônia, infere-se que essa mudança ocorre devido a transformação de fase t-m, tendo a mesma uma função importante para o aumento da tenacidade do material.

Observa-se que os CP's tiveram um ganho gradual de tenacidade à medida que se adiciona ZrI no compósito. Em relação ao CP A, os CP's B, C e D, tiveram um aumento de aproximadamente 6, 70 e 110%, respectivamente. Nota-se que a tenacidade do CP I é de 7,99 MPa.m<sup>1/2</sup>, aproximadamente, 20% acima da apresentada pelo CP D, que apresentou maior tenacidade entre as composições de alumina-zircônia.

A partir da análise de percentual de partículas tetragonais presentes nos compósitos é possível inferir que quanto maior essa porcentagem maior será a probabilidade de transformação induzida por tensão. A tetragonalidade da zircônia implica em dois fatores benéficos ao composto: Quando ocorrer a transformação de fase t-m, a expansão cria zonas de compressão, com o aumento de volume de 3 a 5% de zircônia tetragonal para monoclinica, ao redor da trinca dificultando a sua propagação. Além disso, essa expansão volumétrica forma microtrincas ao redor dos grãos no material dissipando a energia da trinca inicial [87]. Lange (1984) observou que essa adição melhora a tenacidade a fratura do material, no entanto este aumento não foi tão alto quanto o esperado. Segundo o autor, há uma retenção incompleta na fase tetragonal da zircônia e a tenacidade deste material é fortemente influenciada pela transformação da zircônia [91,92,95,100,101].

Além da retenção da fase tetragonal no compósito, a tenacificação acoplada pode ser atribuída a este valor de tenacidade a fratura, isto é, a associação de diferentes mecanismos de tenacificação. Os principais mecanismos que podem ser atribuídos a esse compósito é a transformação t-m que origina expansões volumétricas de 3 a 5%, gerando um campo de tensão, atuando como barreira para o crescimento da trinca. Além disso, essa expansão volumétrica origina um microtrincamento nos contornos dos grãos transformados, gerando ramificações da trinca inicial e fazendo que a tensão inicial seja dissipada [102]. Outro fator a ser considerado é que a zircônia dopada com céria apresenta um aumento na região de blindagem, aumentando assim a tenacidade pela transformação t-m [103-106]. Outro mecanismo que não pode ser considerado neste material é o mecanismo de deflexão de trincas, bridging e pull out, devido a existência de plaquetas de alumina no compósito, dificultando o crescimento da trinca [107].

Na Figura 61 é possível observar as trincas que aparecem no vértice da indentação. É possível notar que a trinca encontra plaquetas de alumina então elas a contornam ou a atravessam.



**Figura 61 – Indentação Vickers e as trincas produzidas no corpo de prova do compósito I**

A difratometria de raios-X do CP I apresentou 8,8% de zircônia em fase monoclinica. Essa parcela de zircônia monoclinica pode também contribuir para uma tenacificação do material, visto que com a transformação dos grãos também houve um travamento das partículas no interior do CP, reprimindo assim o crescimento da trinca.

A partir das análises percentuais e dos mecanismos de tenacificação presentes, é possível inferir que a transformação t-m induzida por tensão é um importante mecanismo no aumento da tenacidade dos compósitos. O maior o volume de ZrI no compósito promove aumento na sua tenacidade a fratura, ou seja, quanto maior a transformação t-m maior o aumento da tenacidade.

Vale ressaltar que para o compósito alumina-zircônia e para a zircônia pura, a equação de Anstis, usada no cálculo da tenacidade a fratura por indentação, apresenta valores inferiores ao encontrado na literatura, sendo assim necessário indicar a equação utilizada para determinação de  $K_{Ic}$ . Apesar da equação ser largamente utilizada, seus resultados são números médios calculados, podendo ser esperados desvios para alguns materiais.

#### 4.2.4 Teste de Flexão

Para obtenção da resistência a flexão os CP's foram submetidos ao ensaio de flexão em 4 pontos. A Tabela 23 apresenta os valores de resistência a flexão dos compósitos A, B,C e D.

**Tabela 22 – Resultados do ensaio de flexão em 4 pontos.**

<b>Compósito</b>	<b>Densidade relativa (%)</b>	<b>Tensão resistência a flexão (Mpa)</b>	<b>Desvio padrão</b>
<b>A</b>	98,98%	258,55	8,46
<b>B</b>	97,62%	319,99	67,76
<b>C</b>	98,01%	326,15	86,55
<b>D</b>	97,93%	316,21	25,45

É possível verificar a tendência do aumento nos valores de resistência a flexão à medida em que se adiciona ZrI na composição. Segundo Casellas et al. (1997) o aumento do teor de zircônia na matriz de alumina afeta a resistência a fratura [64]. A adição de ZrI na matriz de alumina alterou o comportamento do compósito, provavelmente ocorrendo a transformação de fase, e esta função é importante para as propriedades mecânicas dos compósitos alumina-zircônia.

#### 4.2.5 Teste de Fadiga

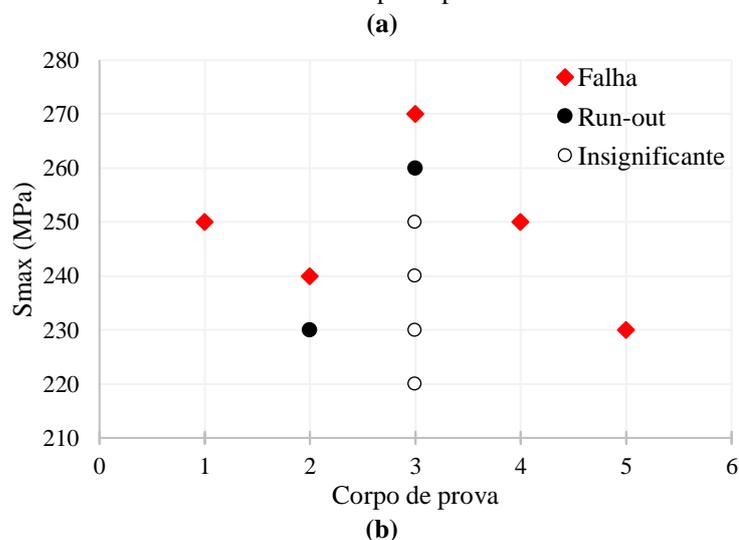
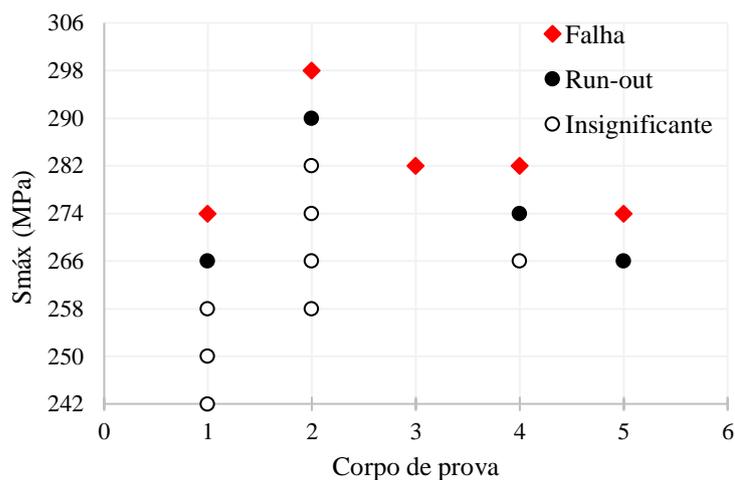
A causa básica do fenômeno de fadiga está ligada a aplicação da tensão cíclica por um período de tempo, que resulta na iniciação e propagação de uma trinca até a fratura. Materiais cerâmicos, metálicos e poliméricos, quando submetidos a tensões repetitivas podem sofrer ruptura em níveis de tensão inferiores aos seus limites de resistência

Para se obter experimentalmente uma estimativa dos limites de resistência a fadiga foi utilizado o método da escada modificado. Foram selecionadas duas composições para executar os ensaios de fadiga. O compósito A com 5% em peso de ZrI, e o compósito D com 20%. A Tabela 23 apresenta os valores do limite de resistência a fadiga dos materiais, e os gráficos da Figura 62 mostram os pontos experimentais obtidos para as duas composições.

**Tabela 23 – Limites de resistência a fadiga dos compósitos A e D para o material como sinterizado.**

	A	D
Tensão máxima (Mpa)	279,17 ± 14,35	239,13 ± 32,56
Tensão média (Mpa)	164,40 ± 14,35	143,48 ± 22,79
Amplitude de tensão (Mpa)	114,77 ± 14,35	95,65 ± 13,03

Os valores de resistência a fadiga em materiais frágeis como as cerâmicas exibem um grande espalhamento. Sendo assim é necessário um tratamento estatístico afim de se assegurar uma confiabilidade nos resultados obtidos. O método utilizado para cálculo do limite de resistência a fadiga corrige os dados obtidos a fim de que se assegure uma confiança que o limite de resistência a fadiga estará acima do valor encontrado. No presente trabalho a confiança estimada é de 90%.



**Figura 62 – Pontos experimentais de tensão máxima obtidos com o método da escada modificada para: (a) compósito A e (b) compósito D.**

Observa-se na tabela 23 que da composição A para a composição D houve um decréscimo do LRF de aproximadamente 15%. A tensão mais baixa de falha do CP A foi de 274 MPa, enquanto a tensão mais alta da D foi de 270 MPa, mostrando que não houve nenhum cruzamento de valores entre as duas composições, evidenciando a resposta mecânica a fadiga superior do compósito A.

A adição de zircônia na matriz de alumina promove aumento no valor de tenacidade [14,37,108]. No presente trabalho foi observado que a tenacidade a fratura aumentou e a tensão de resistência a flexão também. No entanto os valores de fadiga apresentaram menores valores com o acréscimo de ZrI na matriz de alumina. O tamanho de grão influencia na tensão requerida para nuclear a transformação de partículas, ou seja, quanto menor o grão, maior a tensão crítica do material pela indução da transformação t-m [37,91]. O aumento do teor de ZrI na matriz de alumina também tem como objetivo a redução dos tamanhos de grãos da matriz. [31,92,93]

Segundo Evans (1980), os mecanismos de fadiga em cerâmicas podem depender da estrutura da trinca ou da microestrutura do material. Em cerâmicas de grãos finos, a criticidade de fratura ocorre após o comprimento da trinca principal exceder significativamente o tamanho do grão. Portanto, segundo o autor, para os materiais cerâmicos, a microestrutura do material é de maior interesse para os mecanismos de fadiga [109].

De acordo com Murakami (2012), em metais podem existir não homogeneidades, como precipitações e inclusões, que podem ter sido introduzidas propositalmente ou por defeitos de fabricação. Embora Murakami tenha aplicado tais estudos a ligas metálicas, é sabido que no estudo de fadiga, as heterogeneidades, inclusões ou defeitos presentes no material influenciam diretamente o limite de fadiga. Uma vez que a trinca se inicia nestes defeitos, o tamanho da trinca determina a condição limite do material pela intensificação da tensão na ponta da trinca. Dessa forma, alguns conceitos ser aplicados qualitativamente as cerâmicas. Segundo o autor, o limite de fadiga não é a tensão crítica para o início da trinca. Microtrincas podem surgir abaixo do limite de fadiga. Dessa forma, o limite de fadiga pode ser definido como a tensão limite para o crescimento das trincas que já foram iniciadas [120].

Em níveis microscópicos todos os materiais são anisotrópicos e heterogêneos e como a fratura em materiais cerâmicos não envolvem deformação plástica, as trincas tendem a se propagar em direções que minimizem as tensões de cisalhamento, em modo I de fratura ou na direção da máxima tensão principal [110,111]. Quando um material anisotrópico é sinterizado em altas temperaturas, os grãos tendem a se contrair desigualmente em várias direções durante o resfriamento, e quando é aplicada uma carga externa no corpo de prova deste material as

tensões são transmitidas de forma desigual, concentrando-se em falhas ou em contornos de grãos mais instáveis [112].

A anisotropia e heterogeneidade causada pela adição de ZrI no compósito do presente trabalho foi evidenciada nas imagens de MEV. Portanto, a vida em fadiga pode ter sido prejudicada devido a orientação dos grãos no interior do material, visto que quanto maior o teor de ZrI na matriz de alumina, maior é a heterogeneidade do compósito.

Os defeitos presentes no corpo de prova, como não homogeneidades, inclusões ou poros influenciam na vida a fadiga do material, pois o início da trinca é fortemente influenciado por sua forma. Contudo, o tamanho do defeito é predominantemente, pois uma vez que a trinca foi iniciada a partir do defeito, o tamanho dessa fissura determina a intensificação do campo de tensões na ponta da trinca afetando a condição de limite [120].

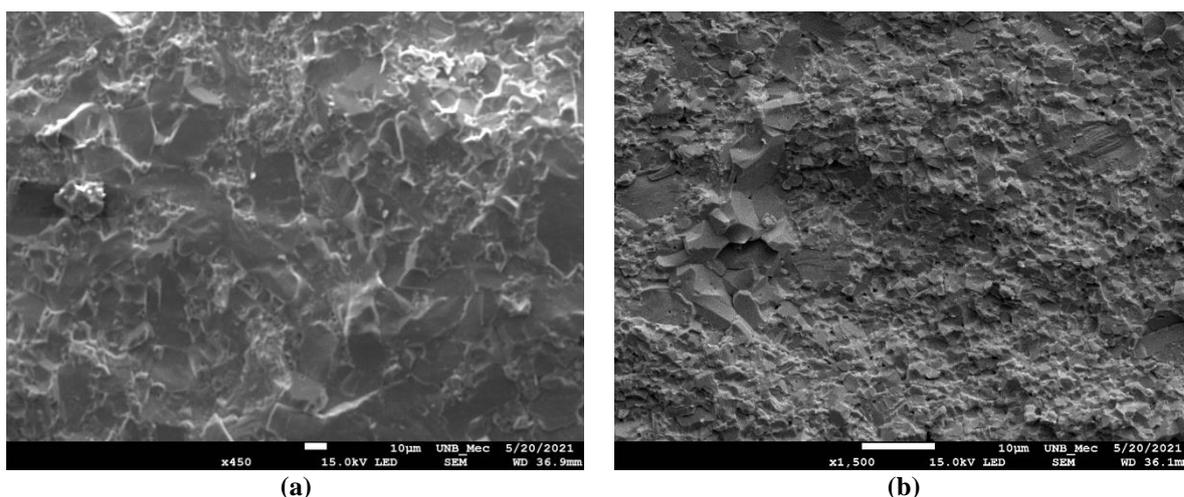
Autores como Murakami e Endo [117-119] afirmam que pequenos tamanhos de precipitados e inclusões são menos prejudiciais. Segundo Murakami (2012) a orientação do defeito deve ser observada, pois esta pode ser perigosa se inclinada para a direção futura dos planos de crescimento de trinca, seja no modo 1 ou modo 2 de fratura. [120] Embora a relevância do comportamento mecânico de tais estruturas na escala micro, ainda não se tem um estudo profundo sobre o comportamento de materiais em função da orientação de inclusões, defeitos, plaquetas, entre outros [121]. Abando *et al.* (2021) estudou a influência da orientação das plaquetas nas propriedades mecânicas da alumina. Segundo os autores plaquetas orientadas a  $0^\circ$  e  $90^\circ$  tem melhor resposta mecânica, sendo mais duras e rígidas que plaquetas a  $45^\circ$ . [121]

Em metais, para o cálculo do limite de resistência a fadiga, é utilizado um parâmetro de área, onde é projetada na direção de máxima tensão a área do defeito. No entanto mesmo em metais, quando há defeitos “naturais”, com diferentes formas e tamanhos, o cálculo deste parâmetro área é complexo [72]. Essa abordagem permite uma avaliação quantitativa simples e precisa dos limites de resistência a fadiga. No entanto como o método é indicado para ligas metálicas, é necessário uma análise e adaptações para que possa ser aplicado também em cerâmicas.

Para o cálculo do parâmetro área em materiais com inclusões, é feita uma análise estatística, onde são gerados valores de probabilidade da existência dessa inclusão no volume do material. Qualitativamente, aplicando a teoria destas inclusões aos compósitos analisados no presente trabalho é possível inferir que o compósito D apresenta mais inclusões que o compósito A, visto que ele apresenta um maior teor de ZrI adicionado à matriz de alumina e por con-

sequência uma quantidade consideravelmente maior de plaquetas de alumina no compósito final. Sendo assim, qualitativamente, o material D apresentou mais defeitos microestruturais que afetaram diretamente o Limite de Resistência a Fadiga (LRF) do compósito D, tornando-o menor que o LRF do compósito A.

A Figura 63 apresenta uma micrografia da superfície de fratura dos CP's A e D. Além da microestrutura e dos mecanismos de tenacificação presentes, não podem ser desconsiderados os mecanismos de deflexão de trinca, bridging e pull out, devido a existência de plaquetas de alumina e ao seu tamanho em relação aos demais grãos [37, 68, 84, 113, 114]. Nota-se nesta figura a existência de grãos, substancialmente maiores e alongados. Tratam-se dos grãos de alumina. Esses mecanismos de deflexão promovem uma paralisação das propagações da trinca, provocando uma transformação de energia de ponta da trinca em energia de superfície, refletindo nos valores de tenacidade do material [84].

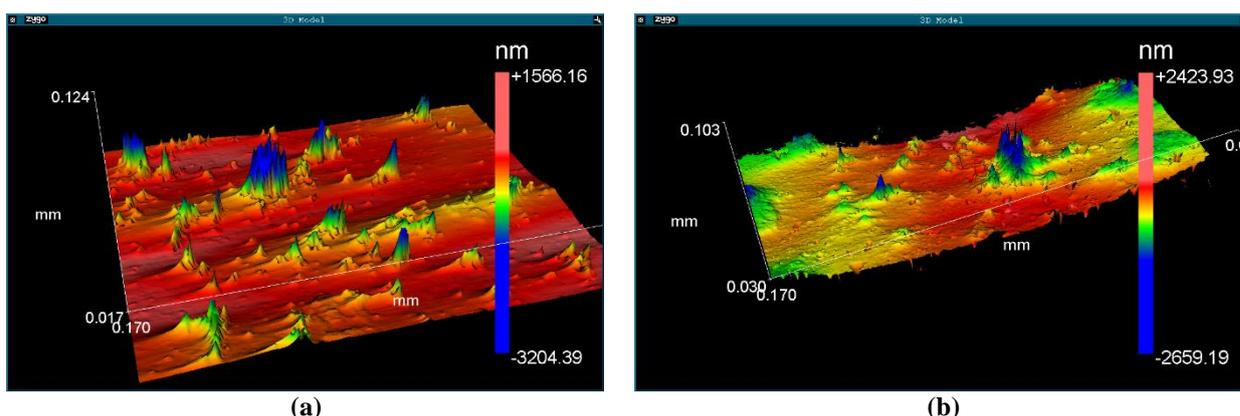


**Figura 63 – Micrografia da superfície de fratura do corpo de prova A e D.**

Na literatura, diversos trabalhos reportam a fratura intergranular como principal tipo de fratura para a zircônia tetragonal [37,82,109]. Observa-se uma predominância de fratura transgranular na Figura 63.a e intergranular na Figura 63.b. Infere-se que essas microestruturas ocorrem pelo fato do compósito A apresentar um teor de zircônia inferior ao compósito D, facilitando assim o crescimento do grão de alumina e obtendo uma menor concentração de transformação martensítica. Numa fratura intergranular, pressupõe-se que a energia necessária é aquela para que a trinca se propague entre os contornos de grãos. Já na fratura transgranular é necessária energia maior para que a trinca se propague no interior do grão. Este fato pode contribuir para queda do limite de resistência a fadiga do compósito D.

Um estudo realizado por Cadore-Rodrigue et al. (2019) avaliou o desempenho a fadiga de uma cerâmica Y-TZP submetida a diferentes tipos de abrasão. As rugosidades Ra e Rz apresentaram valores estatisticamente semelhantes. Conclusão também inferida por Hallmann et al. em 2012 e Curtis et al. em 2006 [82,115,116].

No presente trabalho também foi notada a inversão de proporcionalidade de resistência a fadiga com as outras propriedades mecânicas. A tenacidade a fratura e a resistência a flexão aumentaram enquanto o limite de resistência a fadiga caiu com o aumento do teor de ZrI no compósito. A Figura 64 apresenta um perfil 3D representativo da rugosidade nos CP's A e D. O CP A tem maior valor de Ra, embora não muito significativo. Já a rugosidade Rz, que é a média dos maiores picos e vales, é significativamente maior, quase o dobro. Nas imagens pode-se notar que há mais picos e vales no CP A do que na D. Essas diferenças podem ter influenciado nas diferenças observadas nas resistências a fadiga desses materiais.



**Figura 64 – Perfil 3D representativo das superfícies dos corpos de prova (a) A e (b) D.**

#### 4.2.5.1 Análise de Falha

Foram analisados todos os corpos de prova submetidos ao ensaio de fadiga para determinação da origem da falha. A Figura 65 apresenta imagens obtidas no MEV das superfícies de fratura dos CP's A e D com ampliações menores para que se possa notar a origem da falha e a superfície de tração. Pode-se observar nas figuras que ambas composições apresentam superfícies típicas de fratura, com iniciação e propagação da trinca. Em todas os corpos de prova submetidas a fadiga, a trinca se iniciou em microdefeitos das superfícies do corpo de prova que estavam próximos da extremidade do corpo de prova, como mostra a Figura 65.b, ou na própria extremidade, como mostra a Figura 65.a. O corpo de prova A apresentou microtrincas pequenas

ao longo da extensão do corpo de prova, enquanto o D apresentou apenas a trinca que levou a fratura do mesmo.

Pesquisas relevantes [122] examinaram novas estratégias para desenvolvimento de materiais que solucionem de forma eficiente o conflito entre tenacidade e resistência, que normalmente são mutuamente exclusivas. São examinadas as inter-relações entre os mecanismos que individualmente contribuem para resistência e para tenacidade e propostas soluções para o enfrentamento desse conflito visando alcançar níveis de tolerância ao dano em cada classe de material

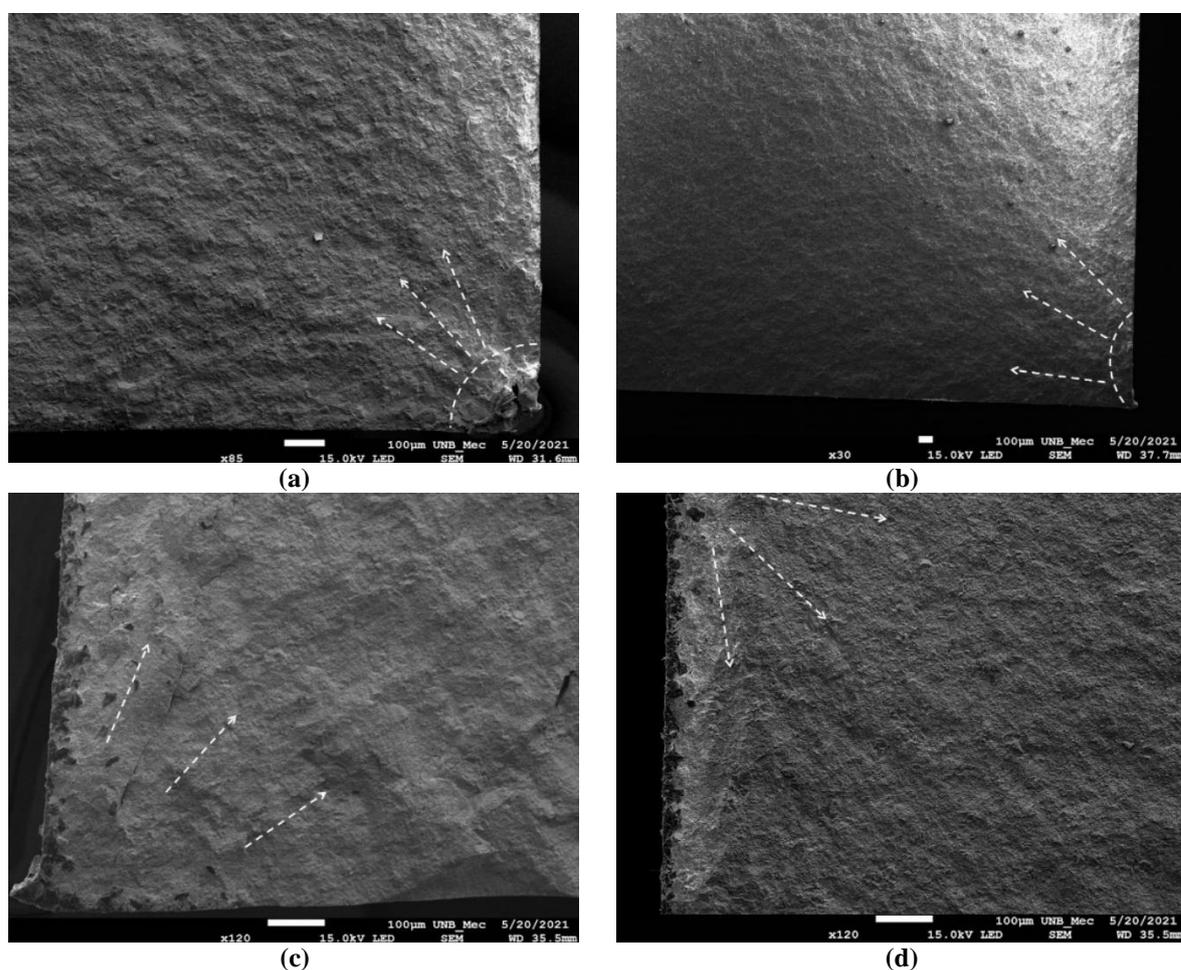


Figura 65 – Imagens do MEV das superfícies de fratura dos Compósitos A (a), (b) e D (c), (d).

## 5 CONCLUSÕES

- Todas os corpos de prova alcançaram elevados níveis de densidade relativa indicando a efetividade dos parâmetros de processamento utilizados.

- Os compósitos alumina-zircônia apresentaram microestruturas heterogêneas, com grãos de zircônia, céria e plaquetas de alumina dispersos de forma homogênea na matriz de alumina, demonstrando a eficiência do processo de mistura e moagem.

- Conforme observado no refinamento de Rietveld, os compósitos alumina-zircônia sinterizados apresentaram a alumina na fase hexagonal e 100% dos grãos de zircônia em sua fase tetragonal, possibilitando a ocorrência da transformação tetragonal – monoclinica induzida por tensão.

- O corpo de prova I, após sinterização, apresentou uma pequena parcela de zircônia monoclinica, possivelmente gerada durante a formação de plaquetas de alumina na sinterização desse composto. Essas plaquetas geraram compressão nos grãos vizinhos de zircônia, promovendo uma parcial transformação tetragonal-monoclinica (t-m).

- Observou-se um aumento na tenacidade a fratura dos compósitos alumina-zircônia com a adição de ZrI, que possui alto percentual de partículas tetragonais de Zircônia. Infere-se que a tensão gerada na indentação vickers promoveu a transformação t-m, com expansão volumétrica desta fase e criação de zonas de compressão na frente da microtrinca, dificultando sua propagação. Além disso, essa expansão volumétrica gera microtrincas na interface entre as plaquetas de alumina e a matriz, com possíveis ramificações na trinca inicial e dissipação de energia, promovendo aumento da tenacidade a fratura dos compósitos com a adição de ZrI.

- No corpo de prova I contendo ZrI puro, além dos mecanismos de tenacificação supracitados, a alta fração volumétrica de plaquetas de alumina pode ter causado a deflexão ou travamento do crescimento das trincas produzidas na indentação vickers, contribuindo para os elevados valores de tenacidade a fratura obtido para esse material.

- A adição de ZrI na matriz de alumina causou, durante a sinterização, aumento da anisotropia e da heterogeneidade microestrutural no compósito, pela adição de inclusões tais como plaquetas de alumina. Considerando-se que as trincas podem se iniciar nesses defeitos durante os ensaios de fadiga [117] o maior percentual de ZrI no compósito D pode ter gerado a nucleação e microtrincas, reduzindo o limite de resistência a fadiga deste compósito.

**REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- [01] MCNEILL Alexander R. Mechanics of animal movement, *Current Biology* Volume 15, Issue 16, 23 August 2005, Pp R616-R619.
- [02] HATZE, Herbert. The meaning of the term biomechanics. *Journal of biomechanics*. 7 (12) (1974) Pp189–190.
- [03] SCHMALZ, G.; ARENHOLDT-Bindslev, D. (2008). Chapter 1: basic aspects biocompatibility of dental materials. Berlin: Springer-Verlag. Pp. 1–12. ISBN 9783540777823. Archived from the original On 9 December 2017. Retrieved 29 February 2016.
- [04] JUMP Up To; VERT, M.; DOI, Y.; HELLWICH, K. H.; HESS, M.; HODGE, P.; KUBISA, P.; RINAUDO, M.; SCHUÉ, F. O. (2012). Terminology for biorelated polymers and applications (IUPAC Recommendations 2012). *Pure and applied chemistry*. 84 (2): 377. DOI:10.1351/Pac-Rec-10-12-04.
- [05] WILLIAMS, D. F., Ed. (2004). Definitions in biomaterials, proceedings of a consensus conference of the european society for biomaterials. Amsterdam: Elsevier.
- [06] CAO, Wanpeng; HENCH, Larry (1996). Bioactive material. *Ceramics International*. 22 (6): 493–507. DOI:10.1016/0272-8842(95)00126-3.
- [07] ZHU, H. Et Al. (2018). Nanostructural insights into the dissolution behavior of sr-doped hydroxyapatite. *Journal of the European Ceramic Society*. 38 (16): 5554–5562. DOI:10.1016/J.Jeurceramsoc.2018.07.056.
- [08] WHITESIDES, G.; MATHIAS, J.; SETO, C. (1991). Molecular self-assembly and nanochemistry: A chemical strategy for the synthesis of nanostructures. *Science*. 254 (5036): 1312–9. Bibcode:1991sci...254.1312w. DOI:10.1126/Science.1962191. Pmid 1962191.
- [09] DABBS, D. M.; AKSAY, I. A. (2000). Self-assembled ceramics produced by complex-fluid templation. *Annual review of physical chemistry*. 51: 601–22. DOI:10.1146/Anurev.Physchem.51.1.601. Pmid 11031294.
- [10] ARIGA, K.; HILL, J. P.; LEE, M. V.; VINU, A.; CHARVET, R.; ACHARYA, S. (2008). Challenges and breakthroughs in recent research on self-assembly. *science and technology of advanced materials*. 9 (1): 014109. Bibcode:2008 Stadm. 9a4109a. DOI:10.1088/1468-6996/9/1/014109. Pmc 5099804. Pmid 27877935.

- [11] STROUD, R. M. (2006). Present at the flood: how structural biology came about, by Richard e. Dickerson. *Protein science*. 16 (1): 135–136. DOI:10.1110/Ps.062627807. Pmc 2222831.
- [12] IBRAHIM, H.; ESFAHANI, S. N.; POORGANJI, B.; DEAN, D.; ELAHINIA, M. (January 2017). Resorbable bone fixation alloys, forming, and post-fabrication treatments. *materials science and engineering: C*. 70 (1): 870–888. DOI:10.1016/J.Msec.2016.09.069. Pmid 27770965.
- [13] PILLAI, C. K. S.; SHARMA, C. P. (2010). Review paper: absorbable polymeric surgical sutures: chemistry, production, properties, biodegradability, and performance. *Journal of biomaterials applications*. 25 (4): 291–366. Citeseerx 10.1.1.1013.5873. DOI:10.1177/0885328210384890.
- [14] CALLISTER Junior, William D. *Ciência e engenharia de materiais: uma introdução*. 5. Ed. Rio De Janeiro, Rj: Livros técnicos e científicos Editora S.A., 2002.
- [15] CERAMTEC (Brasil). *Produtos e aplicações ceramtec: especialização em cerâmica avançada*. Disponível Em: <<https://www.ceramtec.com.br/Produtos/>>. Acesso Em: 25 abr. 2019.
- [16] SOUZA, Renato Chaves Et Al. Fatigue behavior Of 3% Y2o3-doped zro2 ceramics. *journal of materials research and technology*, [S.L.], V. 3, N. 1, P.48-54, Jan. 2014. Elsevier Bv. <http://dx.doi.org/10.1016/J.Jmrt.2013.10.005>.
- [17] YAO, F.; ANDO, K.; CHU, M.C.; SATO, S.. Static and cyclic fatigue behaviour of crack-healed Si3N4/SiC composite ceramics. *Journal Of The European Ceramic Society*, [S.L.], v. 21, n. 7, p. 991-997, jul. 2001. Elsevier BV. [http://dx.doi.org/10.1016/s0955-2219\(00\)00279-x](http://dx.doi.org/10.1016/s0955-2219(00)00279-x).
- [18] BASU, D.; SARKAR, B. K.; BULL. *Mater. Sci.* 24 (1992) 101- 104.
- [19] GRATHWOHL, Georg; LIU, Tianshun. Strengthening of Zirconia-Alumina During Cyclic Fatigue Testing. *Journal Of The American Ceramic Society*, [S.L.], v. 72, n. 10, p. 1988-1990, out. 1989. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.tb06015.x>.
- [20] HENCH, Larry L.. Bioceramics: from concept to clinic. *Journal Of The American Ceramic Society*, [S.L.], v. 74, n. 7, p. 1487-1510, jul. 1991. Wiley. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1151-2916.1991.tb07132.x>.
- [21] WILLIAMS, D. F. “Medical and dental materials”, Ed. Vch Weinheim, New York, Eua (1992).

- [22] HENCH, L. L.; WILSON, J. “An introduction to bioceramics”, advanced series in ceramics, world scientific, Singapura (1993) 1-23
- [23] BUGARIN Júnior, João Geraldo; GARRAFA, Volnei. bioética e uso de biomateriais em odontologia. Rev. Saúde Pública, ., V. 2, N. 41, P.1-6, jan. 2006.
- [24] RODRIGUES, Luciano Brito. Aplicações de biomateriais em ortopedia. estudos tecnológicos em engenharia, [S.L.], V. 9, N. 2, P.63-76, 4 out. 2013. Unisinos - Universidade Do Vale Do Rio Dos Sinos.  
[Http://Dx.Doi.Org/10.4013/Ete.2013.92.02](http://Dx.Doi.Org/10.4013/Ete.2013.92.02).
- [25] VASCONCELOS, W. L., PEREIRA, M. M., ZAVAGLIA, C. A. C. materiais cerâmicos: ciência e aplicação como biomateriais. [A. Do Livro] R. L. Oréface, M. M. Pereira E H. S. Mansur. Biomateriais: fundamentos e aplicações. Rio De Janeiro: Cultura Médica, P. 60-81, 2005.
- [26] SANTANA, Marcio. Estudo e caracterização de compósitos cerâmicos submicro-métricas de alumina-zircônia para aplicações em pilares cerâmicos. 2015. 106 F. Dissertação (Mestrado) - Curso De Engenharia Mecânica: Área De Concentração: Materiais E Processos De Fabricação, Universidade Estadual De Campinas, Campinas, 2015.
- [27] MUDALI, U.K.; SRIDHAR, T.M.; Raj, B. 2003. Corrosion of bio implants. Sādhanā, 28(3-4):601-637.
- [28] PIRES, Ana Luiza R.; BIERHALZ, Andréa C. K.; MORAES, Ângela M. Biomaterials: types, applications, and market. Química Nova, [S.L.], P.957-971, 2015. Gn1 Genesis Network. [Http://Dx.Doi.Org/10.5935/0100-4042.20150094](http://Dx.Doi.Org/10.5935/0100-4042.20150094).
- [29] JUDAS, Fernando; FIGUEIREDO, Helena; DIAS, Rui. Biomateriais em cirurgia ortopédica reconstrutiva. 33. 33 F. TCC (Graduação) - Faculdade de medicina da universidade de Coimbra, Portugal, 2009.
- [30] CHIANG Y.M., BIRNIE D.P., KINGERY W.D. Physical ceramics, principles for ceramic science and engineering. John Wiley & Sons., 1999.
- [31] ASSIS, João Marcos Kruszynski De. Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas alumina aditivada com nióbio para aplicações estruturais. 208. 116 F. Dissertação (Mestrado) - Curso de engenharia e tecnologia espaciais/ciência e tecnologia de materiais e sensores, Instituto Nacional De Pesquisas Espaciais, São Jose Dos Campos, 2008.
- [32] FERREIRA, V., Processamento e caracterização mecânica e tribológica do compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Nbc. Dissertação De Mestrado – Ipen. Sãopaulo, 2001

- [33] HUBNER E.D.H., Alumina: processing, properties and applications. Heidelberg : Spring-Verlag, 1984.
- [34] ACCHAR, W., SILVA, Y.B.F., CAIRO, C.A.: Mechanical properties of hot-pressed ZrO<sub>2</sub> reinforced with (W,Ti)c and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> additions, Journal Of Material Science And Engineering, V. 527, P. 480-484. 2010
- [35] DELAYNAY, D.; HUNTZ, A.M., LACOMBE, P. The influence of yttrium on the sintering of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Journal Of Less-Common. Metals, V.70, P.115-117,1980.
- [36] SILVA, Cristiano Pereira Da. caracterização mecânica de cerâmicas a base de ZrO<sub>2</sub> (3% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nano e micro particuladas. 2009. 113 F. Dissertação (Mestrado) - Curso de ciências mecânicas, engenharia mecânica, Universidade De Brasília, Brasília, 2009.
- [37] DE SÁ, Maria Cecilia Corrêa; MORAES, Benevides de. Microestrutura e propriedades mecânicas de compósitos alumina-zircônia para próteses dentárias. 2004. 256 F. Tese (Doutorado) - Curso de ciência dos materiais, Instituto Militar De Engenharia, Rio De Janeiro, RJ, 2004.
- [38] INTERNATIONAL STANDARD ISO – 6474 Specifications for implants for surgery ceramic materials based on alumina.
- [39] SANTOS, Heraldo Elias Salomão dos. Propriedades mecânicas da zircônia tetragonal policristalina estabilizada por ítria submetida à degradação hidrotérmica. 2012. 140 F. Dissertação (Mestrado) - Curso de ciência dos materiais, Instituto Militar De Engenharia, Rio De Janeiro, RJ, 2012.
- [40] OLIVEIRA, A. P. A. Influência de fatores físico-químicos na produção de pós de zircônia. Tese De Doutorado. Puc- RJ, 1997.
- [41] SANTOS, Alan Andrade Dos. Estudo das variáveis no processo de compactação de pós à base de alumina. 2012. 80 F. Dissertação (Mestrado) - Curso De Ciências Na Área De Tecnologia Nuclear - Materiais, Ipen - autarquia associada à Universidade De São Paulo, São Paulo, 2012.
- [42] CAMPOS, Heloisa Gonçalves. Propriedades mecânicas de compósitos à base de alumina e zircônia com adição de céria. 2016. 78 F. Dissertação (Mestrado) - curso de engenharia de minas, metalúrgica e de materiais, Universidade Federal Do Rio Grande Do Sul, Porto Alegre, 2016.
- [43] NONO, M.C.A. Cerâmicas de zircônia tetragonal policristalino sistema CeO<sub>2</sub>-ZrO<sub>2</sub> (Ce-TZP). Tese de doutorado, Instituto Tecnológico De Aeronáutica, São José Dos Campos, SP, Brasil. 1990

- [44] ASTM F1873-98. Standard specification for high-purity dense yttria tetragonal zirconium oxide polycrystal(Y-TZP) for surgical implant applications. p.1349-1351, 1998.
- [45] VAGKOPOULOUS, T. Et Al. Zirconia in dentistry: part 1. discovering the nature of a upcoming bioceramic. The European Journal of esthetic dentistry, V. 4, N. 2, 2009. Disponível Em: < [Http://Befaiith.Com.Tw/Userfiles/File/Journal/2010%2004/52.Pdf](http://Befaiith.Com.Tw/Userfiles/File/Journal/2010%2004/52.Pdf) >.
- [46] LUGHI, V.; SERGO, V. Low temperature degradation -aging- of zirconia: a critical review of the relevant aspects in dentistry. Dental Materials, V. 26, N. 8, P. 807-820, 2010. ISSN 01095641.
- [47] ZOLOTAR, M. S. Degradação da microestrutura e da tenacidade à fratura da zircônia tetragonal policristalina com adições de ítria em meio aquoso fisiológico. 1995. Dissertação De Mestrado departamento de engenharia de materiais, Universidade Estadual De Campinas, Campinas - SP.
- [48] DUVAIZEM, Jose Hélio. Estudo das propriedades mecânicas e microestruturais de ligas a base de titânio – nióbio – zircônio processados com hidrogênio e metalurgia do pó para utilização em implantes dentários. 2009. 93 F. Dissertação (Mestrado) - Curso de tecnologia nuclear-materiais, Instituto De Pesquisas Energéticas E Nucleares, São Paulo, 2009.
- [49] AZEVÊDO, Heytor Vitor Bezerra De. Metalurgia do pó aplicada na fabricação de ferramentas de corte: efeito da adição de Wc e Co na sinterização e propriedades mecânicas da alumina. Natal: Edufrn, 2018.
- [50] RETSCH. Moinho de bolas planetário Pm100. Disponível Em: [Https://Www.Retsch.Pt/Pt/Produtos/Trituracao/Moinhos-Planetarios-E-De-Bolas/Pm-100/Moinho-De-Bolas-Planetario-Pm-100/?Gclid=Cj0kcqjw38-Dbhdparisadj3kjm1xx\\_Xkq33jfwrrqze7che\\_M7rxnjb3yv6w1gp75gmoeos23vwyoaarejealw\\_Wcb](https://Www.Retsch.Pt/Pt/Produtos/Trituracao/Moinhos-Planetarios-E-De-Bolas/Pm-100/Moinho-De-Bolas-Planetario-Pm-100/?Gclid=Cj0kcqjw38-Dbhdparisadj3kjm1xx_Xkq33jfwrrqze7che_M7rxnjb3yv6w1gp75gmoeos23vwyoaarejealw_Wcb). Acesso Em: 12 abr. 2021.
- [51] REED, James Stalford. Principles of ceramics processing. New York: A Wiley-Interscience Publication, 1995.
- [52] HERNÁNDEZ, Alexander Franco. Avaliação do comportamento microestrutural e em fadiga da liga Ti-35 Nb-7 Zr-5 Ta sinterizada e termicamente tratada. 2012. 178 F. Tese (Doutorado) - Curso de engenharia mecânica, Universidade De Brasília, Brasília, 2012.
- [53] GARCIA, Amauri; SPIM, Jaime Alvares; SANTOS, Carlos Alexandre Dos. Ensaio dos materiais. Rio De Janeiro, Rj: Ltc, 2000. 260 P.

- [54] ASTM International. C1327-15: Standard test method for Vickers indentation hardness of advanced ceramics. Estados Unidos, 2016.
- [55] ZANOTTO, Edgar Dutra; MIGLIORE Jr, ANGELO Rubens. Propriedades mecânicas de materiais cerâmicos: uma introdução. 1991. 10 F. Tcc (Graduação) - Curso De En, Departamento de engenharia de materiais, Universidade Federal De São Carlos, São Carlos, 1991
- [56] DOWLING, Norman E. Mechanical behavior of materials. 4. Ed. England: Pearson Education Limited, 2013.
- [57] MARCHI, J. Estudo de sinterização de cerâmicas à base de nitreto de silício utilizando-se como aditivos óxidos de cério e alumínio. Tese De Mestrado, Ipen, São Paulo, Sp, Brasil, 1999.
- [58] VALLE, Luísa Vicari Do. Avaliação da tenacidade à fratura em vidro pela técnica de microindentação instrumentada. 2012. 56 F. Tcc (Graduação) - Curso de engenharia de materiais, Universidade Federal Do Rio De Janeiro, Rio De Janeiro, 2012.
- [59] KIMURA, Arthur Et Al. Propriedades de cerâmicas dentárias consolidadas pela técnica gelcasting properties of dental ceramics obtained by gelcasting method. Cadernos Unifoa, [S.L.], V. 4, N. 10, P. 73, 27 Mar. 2017. Fundação Oswaldo Aranha - Foa. [Http://Dx.Doi.Org/10.47385/Cadunifoa.V4i10.989](http://Dx.Doi.Org/10.47385/Cadunifoa.V4i10.989).
- [60] FENG, Yihui; ZHANG, Taihua. Determination of fracture toughness of brittle materials by indentation. Acta mechanica solida sinica, [S.L.], V. 28, N. 3, P. 221-234, jun. 2015. Springer Science and Business Media Llc. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/S0894-9166\(15\)30010-0](http://Dx.Doi.Org/10.1016/S0894-9166(15)30010-0).
- [61] GRIFFITH, Alan Arnold. The phenomena of rupture and flow in solids. Philosophical transactions of the royal society of london. Series A, containing papers of a mathematical or physical character, [S.L.], V. 221, N. 582-593, P. 163-198, Jan. 1921. The Royal Society. [Http://Dx.Doi.Org/10.1098/Rsta.1921.0006](http://Dx.Doi.Org/10.1098/Rsta.1921.0006).
- [62] ANSTIS, G. R., CHANTIKUL, P., LAWN, B. R. MARSHALL, D. B. A critical evaluation of indentation techniques for measuring fracture toughness: i direct crack measurements. J. Of American Ceramic Society. V. 64 (9), P. 533-538, 1981.
- [63] SOUZA, Carolina Filgueiras De. Resistência à fratura de subestruturas para próteses parciais fixas posteriores de zircônia densa sob testes de fadiga cíclica.

2007. 75 F. Dissertação (Mestrado) - Curso de ciências em engenharia metalúrgica e de materiais, Universidade Federal Do Rio De Janeiro, Rio De Janeiro, RJ, 2007.
- [64] CASELLAS, D., Cumbreira, F.L., Sanchez - Bajo, F., on the transformation toughening of  $\gamma$ -zro<sub>2</sub> ceramics with mixed  $\gamma$ -TZP/PSZ microstructures, journal european ceramic society, v. 21, pp. 765-77. 2003
- [65] TUAN W. H, CHEN R.Z., WANG C.H., CHENG P.S., KUO P. S. Mechanical properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/zro<sub>2</sub> composites. J. European ceram soc. 22, p. 2827-2833, 2002.
- [66] Significados. Significado De Fadiga. Disponível Em: <<https://www.significados.com.br/fadiga/>>. Acesso Em: 25 maio 2019.
- [67] NAZARIO, Rafael. O que é fadiga mecânica? Disponível Em: <<http://rafaelnazariotfm.blogspot.com/2015/11/ensaio-de-fadiga.html>>. Acesso Em: 25 maio 2019.
- [68] BICALHO, Luiz De Araújo. Cerâmicas dentárias à base de zro<sub>2</sub> aditivadas com biovidro: processamento, caracterização estrutural e mecânica. 2009. 309 F. Tese (Doutorado) - Curso de engenharia de materiais, Universidade De São Paulo, Lorena, SP, 2009.
- [69] LEE, Yung-Li Et Al. Fatigue testing and analysis. Burlington, USA: Elsevier, 2005.
- [70] COLLINS, J. A. 1993. Failure of materials in mechanical desing - analysis, prediction, prevention. 2da. New York. Jhon Wiley And Sons, Inc
- [71] LIN, S., LEE, Y., And LU, M., Evaluation of the staircase and the accelerated test methods for fatigue limit distribution, international journal of fatigue, Vol. 23, 2001, Pp. 75–83.
- [72] ARAÚJO, Lucas Carneiro. Adaptação de modelos de plano crítico para projeto contra fadiga multiaxial de material internamente defeituoso e na presença de microdefeitos artificiais. 2020. 90 F. Dissertação (Mestrado) - Curso De Ciências Mecânicas, Universidade De Brasília, Brasília, 2020.
- [73] MACHADO, Pedro Vinícius Sousa. Fadiga em materiais naturalmente defeituosos: testes e modelagem. 2018. 63 F. Tcc (Graduação) - Curso De Engenharia Mecânica, Universidade De Brasília, Brasília, 2018.
- [74] CIMAC Ci Des M A C. Iacs Ur M53, appendix iv. Guidance for evaluation of fatigue tests, 2009, p. Appendix iv.

- [75] SOUZA, Ricardo C. *Et Al.* Crescimento subcrítico de trinca e previsão de vida em fadiga do compósito cerâmico  $ZrO_2-Al_2O_3$ . *Cerâmica*, V. 60, P. 41-51, 2014.
- [76] FRAGA, Sara. Comportamento a fadiga de materiais cerâmicos. 2016. 115 f. Tese (doutorado) - curso de ciências odontológicas, universidade federal de santa maria, santa maria, RS, 2016.
- [77] HABIBE, Carolina Hartung. Avaliação de propriedades de uma cerâmica dentária nacional à base de zircônia estabilizada com ítria ( $ZrO_2-Y_2O_3$ ). 2011. 62 f. Dissertação (mestrado) - curso de materiais, centro universitário de Volta Redonda, Volta Redonda, 2011.
- [78] ANDRADE, N. M. *Et Al.* Caracterização de compósitos cerâmicos a base de  $ZrO_2$  dopada com  $CeO_2/Y_2O_3$  e reforçada com plaquetas de  $Al_2O_3$ , 2017.
- [79] SMIRNOV, A.; BARTOLOMÉ, J.F. Mechanical properties and fatigue life of zirconia composites prepared by hot pressing. *Journal of the european ceramic society*, [s.l.], v. 32, n. 15, p. 3899-3904, nov. 2012. Elsevier bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jeurceramsoc.2012.06.017](http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2012.06.017).
- [80] SCHERRER, Susanne S. *Et Al.* Fatigue behavior in water of y-tzp zirconia ceramics after abrasion with 30 $\mu$ m silica-coated alumina particles. *Dental materials*, [s.l.], v. 27, n. 2, p. 28-42, fev. 2011. Elsevier bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Dental.2010.10.003](http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.003).
- [81] ALVES, Manuel Fellipe Rodrigues Pais. Zircônia estabilizada com ítria para aplicações odontológicas: propriedades ópticas e mecânicas. 2019. 141 f. Tese (doutorado) - curso de engenharia de materiais, Universidade De São Paulo, Lorena, 2019.
- [82] CADORE-RODRIGUES, Ana Carolina *Et Al.* Air-abrasion using new silica-alumina powders containing different silica concentrations: effect on the microstructural characteristics and fatigue behavior of a Y-TZP ceramic. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, [S.L.], V. 98, P. 11-19, Out. 2019. Elsevier Bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jmbbm.2019.05.032](http://dx.doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.05.032).
- [83] PASSOS, Sheila P.; LINKE, Bernie; MAJOR, Paul W.; NYCHKA, John A. The effect of air-abrasion and heat treatment on the fracture behavior of Y-TZP. *Dental materials*, [s.l.], v. 31, n. 9, p. 1011-1021, set. 2015. Elsevier Bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Dental.2015.05.008](http://dx.doi.org/10.1016/j.dental.2015.05.008).
- [84] SANTOS, Claudinei Dos *Et Al.* Mechanical properties of ceramic composites based on zirconia co-stabilized by  $Y_2O_3-CeO_2$  reinforced with alumina platelets for dental implants. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*,

- [S.L.], V. 116, P. 104372, Abr. 2021. Elsevier Bv.  
[Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jmbbm.2021.104372](http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jmbbm.2021.104372).
- [85] SAINT-GOBAIN Zirpro. Upryzetm-intense. Le Pontet Cedex France: Zirpro
- [86] THERMO FISHER SCIENTIFIC (Org.). Energy dispersive spectroscopy: energy dispersive x-ray spectroscopy elemental mapping for reliable chemical characterization. Energy dispersive x-ray spectroscopy elemental mapping for reliable chemical characterization. Disponível em: <https://www.thermofisher.Com/br/en/home/materials-science/eds-technology.html>. Acesso Em: 23 abr. 2021.
- [87] GREGORI, G., BURGER, W., SERGO, V. Piezo-spectroscopic analysis of the residual stress in zirconia-toughened alumina ceramics: the influence of the tetragonal-tomonoclinic transformation. *Materials science and engineering*. V.A271, P.401-406, 1999.
- [88] GOOBO, L.A. aplicação da difração de raios-x e método de rietveld no estudo de cimento portland, 2009, 251 p. tese (doutorado) – instituto de geociências, Universidade De São Paulo, São Paulo, 2009.
- [89] NIIHARA, K. A fracture mechanics analysis of indentation-induced palmqvist crack in ceramics. *journal of materials science letters*. P. 221-223. 1983.
- [90] ASTM INTERNATIONAL. ASTM C1161 – 13: Standard Test Method for Flexural Strength of Advanced Ceramics at Ambient Temperature. Estados Unidos: Astm Int'L, 2013.
- [91] CASELLAS, D., RÀFOLS, I., LLANES, L., ANGLADA, M. fracture toughness of zirconia-alumina composites. *int. j. of refractory metals & hard materials*. V.17 P. 11-20, 1999.
- [92] SHARIF, A. A., MECARTNEY, M. L. superplasticity in cubic yttria stabilized zirconia with 10 wt.% alumina. *journal of the european ceramic society*, 24, P. 2041–2047, 2004.
- [93] CASELLAS, D., NAGL, M. M. LLANES, L., ANGLADA, M., Et Al. fracture toughness of alumina and ZTA ceramics: microstructural coarsening effects. *J. of materials processing and technology*, 143-144, P. 148-152, 2003.
- [94] YANG, X.; LIU, X.; WANG, L.; ZHANG, H.; YAO, X.; HUANG, Z. R-curve analysis of solid-phase sintered and liquid-phase-sintered silicon carbide ceramics by indentation fracture and indentation-strength-in-bending methods. *ceramics international*, v. 42, n. 3, 4011-4018, 2016.

- [95] LANGE, F. F., HIRLINGER, M. M. hindrance of grain growth in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  by  $\text{ZrO}_2$  inclusion. *Journal of the american ceramic society*, v .67, 164-168, 1984
- [96] WANG, J. STEVENS, R. review zirconia toughened alumina (ZTA) ceramics. *Journal of materials science*, V. 24, P. 3421-3440, 1989.
- [97] A.H. DE AZA, J. CHEVALIER, G. FANTOZZI, M. SCHEHL, R. TORRECILLAS, crack growth resistance of alumina, zirconia and zirconia toughened alumina ceramics for joint prostheses, *biomaterials* 23 (2002) 937–945.
- [98] C. O. SASSERON, J. MARCHI, J.C. BRESSIANI E A.H.A. BRESSIANI, 2006, Blumenau. sinterização de cerâmicas à base de alumina, zircônia e titânia. Blumenau: 50º congresso brasileiro de cerâmica, 2006.
- [99] AMARANTE, J E. et Al. Roughness and its effects on flexural strength of dental yttria-stabilized zirconia ceramics. *materials science and engineering: a*, [s.l.], v. 739, p. 149-157, jan. 2019. Elsevier bv. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2018.10.027>.
- [100] REJAB, N.A.; AZHAR, A.Z.A.; RATNAM, M.M.; AHMAD, Z.A. the relationship between microstructure and fracture toughness of zirconia toughened alumina (ZTA) added with MgO and  $\text{CeO}_2$ . *international journal of refractory metals and hard materials*, v. 41, 522-530, 2013.
- [101] HASSAN, A.M. Et Al. Densification behavior and mechanical properties of niobium-oxide-doped alumina ceramics. *Journal of ceramic science and technology*, [s.l.], n. 01, p. 51-56, 2014. Göller verlag. <Http://Dx.Doi.Org/10.4416/Jcst2013-00045>.
- [102] BASU, B., 2005. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *International materials reviews*, 50 (4), Pp. 239–256.
- [103] ROSE, L.R.F.; SWAIN, M.V.. Transformation zone shape in ceria partially-stabilized zirconia. *Acta metallurgica*, [s.l.], v. 36, n. 4, p. 955-962, abr. 1988. Elsevier bv. [Http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160\(88\)90150-2](Http://dx.doi.org/10.1016/0001-6160(88)90150-2).
- [104] YU, Cheng-Sheng; SHETTY, Dinesh K.. Transformation zone shape, size, and crack-growth-resistance [r-curve] behavior of ceria-partially-stabilized zirconia polycrystals. *Journal of the american ceramic society*, [s.l.], v. 72, n. 6, p. 921-928, jun. 1989. Wiley. <Doi.org/10.1111/j.1151-2916.1989.Tb06245.X>.
- [105] NAWA, Masahiro; NAKAMOTO, Syoichi; SEKINOB, A Tohru; NIIHARA, Koichi. Tough and strong Ce-TZP/alumina nanocomposites doped with titania. *Ceramics international*, [s. L], V. 24, P. 497-506, Set. 1998. Grã-Bretanha.

- [106] RAUCHS, G; FETT, T; MUNZ, D; OBERACKER, R. Tetragonal-to-monoclinic phase transformation in CeO<sub>2</sub>-stabilised zirconia under uniaxial loading. Journal of the european ceramic society, [S.L.], V. 21, N. 12, P. 2229-2241, Out. 2001. Elsevier Bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/S0955-2219\(00\)00258-2](http://dx.doi.org/10.1016/S0955-2219(00)00258-2).
- [107] HABLITZEL, M.P.; GARCIA, D.E.; HOTZA, D. Interfaces fracas em compósitos de matriz cerâmica de alumina/alumina. Matéria (Rio De Janeiro), [S.L.], V. 16, N. 3, P. 788-794, 2011. Fapunifesp (SciELO). [Http://Dx.Doi.Org/10.1590/S1517-70762011000300006](http://dx.doi.org/10.1590/S1517-70762011000300006).
- [108] ROSA, Edison Da. Análise de resistência mecânica: mecânica da fratura e fadiga. Santa Catarina: Universidade Federal De Santa Catarina, 2002.
- [109] EVANS, A.G. Fatigue in ceramics. International journal of fracture. Berkeley, Ca, P. 485-498. Dez. 1980.
- [110] LAWN, B. R.; WILSHAW, T. R. Fracture of brittle solids. Cambridge university Press. P. 46-72, 1975.
- [111] INGEL, Robert P.; LEWIS III, David. Elastic anisotropy in zirconia single crystals. Journal of the american ceramic society. Washington, P. 265-271. Set. 1987.
- [112] KIRCHNER, H. P.; GRUVER, R. M. Strength-anisotropy-grain size relations in ceramic oxides. Journal of the american ceramic society. Pennsylvania, P. 232-236. Maio 1970.
- [113] PALMEIRA, Alexandre Alvarenga. Estudo comparativo da sinterização de pós nanoestruturados e micro estruturados de ZrO<sub>2</sub> tetragonal estabilizado com Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. 2012. Tese (doutorado) - curso de materiais metálicos, cerâmicos e poliméricos., Universidade De São Paulo, São Paulo, 2012.
- [114] GONZAGA, Carla Castiglia. Crescimento de trinca subcrítico em cerâmicas odontológicas: efeito do material (microestrutura) e do método de ensaio. 2007. Tese (doutorado) - curso de pós-graduação em odontologia, Universidade De São Paulo, São Paulo, 2007.
- [115] HALLMANN, Lubica Et Al. Effect of blasting pressure, abrasive particle size and grade on phase transformation and morphological change of dental zirconia surface. Surface and coatings technology, [S.L.], V. 206, N. 19-20, P. 4293-4302, Maio 2012. Elsevier Bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Surfcoat.2012.04.043](http://dx.doi.org/10.1016/J.Surfcoat.2012.04.043).
- [116] CURTIS, Andrew R. Et Al. The influence of surface modification techniques on the performance of a Y-TZP dental ceramic. Journal of dentistry, [s.l.], v. 34, n. 3, p. 195-206, mar. 2006. Elsevier bv. [Http://Dx.Doi.Org/10.1016/J.Jdent.2005.06.006](http://dx.doi.org/10.1016/J.Jdent.2005.06.006).

- [117] MURAKAMI Y. *Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions*. Elsevier Science Ltd.; 2002. <https://doi.org/10.1007/978-1-4020-5597-3>
- [118] ENDO M, Ishimoto I. The fatigue strength of steels containing small holes under out-of-phase combined loading. *Int J Fatigue* 2006;28:592–7. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2005.05.013>
- [119] MURAKAMI Y, Endo M. Effects of Hardness and Crack Geometries on  $\Delta K_{th}$  of Small Cracks Emanating from Small Defects. In: K.J. Miller and E.R. de los Rios (Eds): *The Behaviour of Short Fatigue Cracks*. Mech Eng Publ 1986;EGF Publ.:275–93.
- [120] MURAKAMI, Yukitaka. Material defects as the basis of fatigue design. *International Journal Of Fatigue*, [S.L.], v. 41, p. 2-10, ago. 2012. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2011.12.001>
- [121] ABANDO, N. et al. Anisotropy effect of bioinspired ceramic/ceramic composites: can the platelet orientation enhance the mechanical properties at micro- and submicrometric length scale?. *Journal Of The European Ceramic Society*, [S.L.], v. 41, n. 4, p. 2753-2762, abr. 2021. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2020.12.039>
- [122] RITCHIE, R. The conflicts between strength and toughness. *Nature Mater* 10, 817–822 (2011). <https://doi.org/10.1038/nmat3115>