

## 1. CONSIDERAÇÕES INICIAIS

A pesquisa de cerâmicas estruturais de alumina-zircônia é uma área em plena evolução na engenharia de materiais. O desenvolvimento de novos processos de produção aliado à otimização dos processos já conhecidos melhora o desempenho e tornam as propriedades desta classe de material ainda mais atrativa para a sua utilização em várias aplicações.

No INPE, desde 1986 vem o interesse pela pesquisa e desenvolvimento de cerâmicas avançadas de zircônia, acompanhando os estudos e adquirindo a capacitação no processamento e fabricação destes materiais. Atualmente, cerâmicas de zircônia estão sendo estudadas pelo Grupo de Engenharia e Superfícies e Cerâmicas Avançadas e Nanoestruturadas – SUCERA, do Laboratório de Sensores e Materiais – LAS do Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais - INPE. Dentre os principais resultados estão a obtenção de pós e de cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina dopada com céria (Ce-TZP) para aplicações estruturais<sup>[1]</sup>, zircônia estabilizada na fase cúbica para aplicação como sensores de oxigênio<sup>[2]</sup> e também pós e cerâmicas de zircônia tetragonal dopada com ítria e terras raras<sup>[3,4]</sup>. Neste período, também têm sido obtidas cerâmicas de alumina-zirconia (Y-TZP), partindo de pós com tamanhos predominantemente micrométricos, para diversas aplicações espaciais. Para minimizar a temperatura de sinterização destas cerâmicas estão sendo iniciados estudos de sinterização via fase vítrea.

## 2. PROPOSTA DO TEMA E JUSTIFICATIVAS

As propostas deste estudo são: i) a produção de cerâmicas de  $Al_2O_3$  - Ce-TZP por sinterização via fase líquida, utilizando duas técnicas: infiltração e sinterização a partir da mistura de pós, visando diminuir a temperatura de obtenção destas cerâmicas sinterizadas e ii) estudar a influência da presença de fase vítrea nos contornos de grãos das cerâmicas nas propriedades mecânicas; tensão de ruptura, dureza superficial e tenacidade à fratura. A principal aplicação deste material será como cerâmica estrutural, tanto na área espacial e aeroespacial<sup>[5]</sup> como em odontologia<sup>[7-9]</sup>. A diminuição desta temperatura de sinterização, no entanto, deverá diminuir a temperatura de uso desta cerâmica. Portanto, pretende-se estabelecer a viabilidade de aplicações destas cerâmicas de alumina-zircônia, em temperaturas de uso não exceda 2/3 da temperatura de sinterização utilizada para a sua fabricação.

## 3. CERÂMICAS PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

A substituição de compostos metálicos por cerâmicas em aplicações estruturais tem sido objeto de estudo de pesquisadores do mundo inteiro. Graças a essas pesquisas, muitas cerâmicas atualmente podem ser aplicadas em situações inicialmente não indicadas e com propriedades gerais bem satisfatórias. Esse avanço ocorreu devido à maior concentração de estudos e pesquisas no processamento e caracterização das cerâmicas, que permitiram o desenvolvimento de materiais com elevadas propriedades mecânicas e alto grau de estabilidade química<sup>[5,10-21]</sup>.

O uso de cerâmicas em aplicações estruturais é atualmente limitado não pela sua resistência mecânica ou rigidez limitada, mas sim pela sua inerente fragilidade. Isto ocorre graças à facilidade com que as trincas se iniciam e se propagam nas cerâmicas. Essas trincas têm seu início em defeitos surgidos no processamento (aglomerados densos, poros, etc), durante o acabamento superficial ou pela exposição a ambientes agressivos (químicos e/ou mecânicos)<sup>[1,11,12]</sup>.

Os materiais cerâmicos são caracterizados por ligações atômicas fortes, de caráter iônico e/ou covalente, entre seus átomos. A natureza destas ligações é responsável por algumas propriedades altamente desejáveis destes materiais, como a dureza, o ponto de fusão alto, estabilidade química e a resistência à abrasão. Entretanto, como consequência das fortes energias de ligação envolvidas para manter os átomos coesos, estes materiais apresentam um comportamento mecânico de caráter frágil<sup>[10]</sup>.

Para aumentar a reprodutibilidade e a confiabilidade das cerâmicas, alguns métodos para se aumentar a tenacidade à fratura são atualmente utilizados, visando a necessidade de uma maior quantidade de energia para que uma trinca se propague através do material<sup>[1,10-13]</sup>

### 3.1. CERÂMICAS SINTERIZADAS VIA FASE VÍTREA

A alta densidade desejada em cerâmicas estruturais pode ser alcançada, dependendo da aplicação, por meio da sinterização na presença de fase vítrea. Nela, quando o líquido recobre cada grão, as partículas angulares podem ser rotacionadas, alterando seu arranjo original e resultando em uma configuração mais densa. A fase líquida que molha o sólido penetrando rapidamente entre os grãos resultando na união destes em uma menor temperatura de tratamento. Pode reduzir a tendência ao crescimento exagerado dos grãos. Assim, o material pode ser sinterizado até atingir altas densidades em mais baixas temperaturas e com uma menor tendência para o crescimento exagerado dos grãos. Entretanto, em sistemas onde a fase vítrea é distribuída não homogênea, as taxas diferentes de retração e crescimento de grãos podem produzir microestruturas não homogêneas, causando uma diminuição da densidade. Quando ocorre alguma solubilidade do sólido na fase líquida, a mais alta difusibilidade do líquido pode aumentar a taxa de transporte de massa e retração. Cantos vivos e pequenas partículas são preferencialmente dissolvidos e a difusão no líquido e cristalização em outra região produz o crescimento do grão<sup>[13,14]</sup>.

### 3.2 CERÂMICAS À BASE DE ZIRCÔNIA PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

Desde que Garvie et al., em 1975, anunciaram que as cerâmicas à base de zircônia poderiam apresentar resistência mecânica e tenacidade à fratura como os aços<sup>[15]</sup>, muitas pesquisas vêm sendo desenvolvidas visando a produção desse tipo de cerâmicas. O objetivo é ter um material que apresente mecanismos de dissipação de energia mecânica, necessitando então de uma maior energia para que ocorra sua deformação e possível fratura. Conjuntamente, outros inúmeros trabalhos foram e estão sendo feitos para a obtenção de processamentos não-convencionais de pós cerâmicos, adequados para a fabricação de cerâmicas com uma mínima quantidade e tamanho de defeitos estruturais e alta homogeneidade química<sup>[1,10-12]</sup>.

A zircônia pura apresenta três tipos de fases polimórficas, cujas transformações são dadas por:



A transformação da fase tetragonal para monoclinica envolve uma expansão volumétrica anisotrópica grande (de 3 a 5%), devido a uma variação abrupta nos parâmetros de rede. Esta transformação provoca uma tensão de cisalhamento considerável. Em cerâmica de zircônia pura, essa grande variação de volume associada à transformação de fase  $t \rightarrow m$ , durante o resfriamento, gera microtrincas ao redor da partícula transformada no corpo cerâmico sinterizado, tornando-o extremamente frágil. Para solucionar este problema, são adicionados à zircônia, óxidos

estabilizantes da fase cúbica e/ou tetragonal. Os óxidos mais utilizados nesta função são os de Y e Ce<sup>[1,10-12]</sup>.

O aumento da tenacidade à fratura da cerâmica de zircônia é atingido através da retenção da fase tetragonal metaestável e sua conseqüente transformação para a fase monoclinica<sup>[1,5,10-12]</sup>. Atualmente, são conhecidos dois mecanismos relacionados à transformação t → m: transformação de fase induzida por tensão e formação de microtrincas.

#### a) Transformação de fase induzida por tensão

Quando uma trinca se propaga sob tensão, um campo de tensões grande é gerado ao seu redor, principalmente na ponta da trinca (Figura.1). Como resultado, ocorre a transformação da fase tetragonal para monoclinica, criando um estado de compressão na matriz, sendo necessário que ocorra uma energia extra para a propagação da trinca no material, aumentando a tenacidade da cerâmica de zircônia.

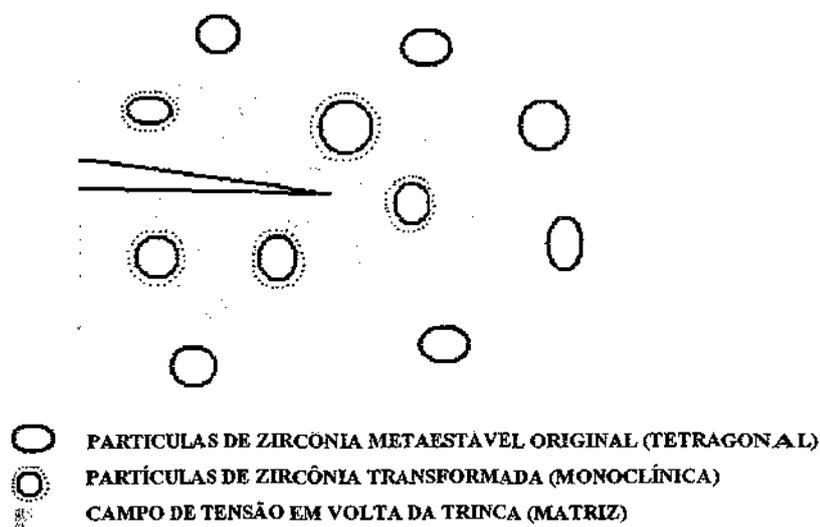


Figura.1 Representação esquemática do campo de tensão elástica criado na microestrutura da cerâmica, decorrente da transformação induzida por tensão das partículas de zircônia tetragonal para monoclinica<sup>[10]</sup>.

#### b) Microtrincas

O aumento do volume resultante da transformação gera tensões tangenciais ao redor da partícula transformada, que induz ao aparecimento de microtrincas (Figura 2).

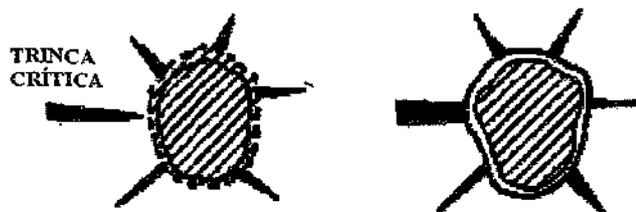


Figura.2 Interação entre a partícula de zircônia monoclinica transformada e a ponta da trinca<sup>[10]</sup>.

A trinca propaga-se até encontrar a partícula de fase monoclinica, depois é desviada e torna-se ramificada. Esta capacidade de absorver ou dissipar a energia da trinca propagante resulta em um aumento da tenacidade à fratura da cerâmica.

### 3.3 CERÂMICAS DE ALUMINA-ZIRCÔNIA PARA APLICAÇÕES ESTRUTURAIS

A alumina é um bom material cerâmico para aplicações em engenharia, devido às suas excelentes propriedades térmicas, químicas, mecânicas e elétricas. No entanto, seu uso como cerâmica estrutural é limitado pela sua baixa tenacidade à fratura. Uma das soluções utilizadas para o aumento de sua tenacidade é a incorporação de uma segunda fase dispersa na matriz da alumina<sup>[10,18,19]</sup>. Nas cerâmicas de alumina-zirconia (zirconia toughened alumina – ZTA), a tenacidade da alumina é aumentada pela adição de zircônia. Os compósitos cerâmicos compostos de multicomponentes, que forma a base das cerâmicas estruturais, consistem de uma matriz cerâmica e uma fase intersticial que afeta as propriedades físicas da cerâmica. No sistema alumina-zircônia, alumina é a matriz e a zircônia a fase intersticial responsável pelo aumento da tenacidade da cerâmica. Estes compósitos apresentam altas resistências à corrosão, resistência à ruptura e tenacidade à fratura. A microestrutura desenvolvida durante a sinterização da cerâmica e as propriedades mecânicas como resistência à ruptura, dureza superficial e tenacidade à fratura dependem das características do pó (forma, tamanho e distribuição de tamanho partículas, estado de aglomeração, composições química e de fases cristalinas) e microestrutura a verde (grau de compactação dos pós). Por este motivo, os compósitos alumina-zirconia necessitam que a fase dispersa (zircônia) seja distribuída homogênea na matriz (alumina). Entre as técnicas convencionais para a obtenção de misturas homogêneas de pós comerciais, a mais eficiente é a mistura de pós a úmido em moinho de bolas.

Os melhores resultados de aumento de tenacidade à fratura de cerâmicas no sistema alumina zircônia tem sido obtidos com a adição de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com ítria (Y-TZP) ou com céria (Ce-TZP)<sup>[18,19]</sup>.

## 4. OBJETIVOS DO PROJETO

1. Desenvolver cerâmicas de  $Al_2O_3-ZrO_2-CeO_2$  sinterizadas via fase líquida, que possam ser utilizadas em aplicações estruturais de forma a terem:
  - processamento mais simples;
  - menor temperatura de sinterização;
  - altos valores de parâmetros de propriedades mecânicas: tensão de ruptura por flexão, dureza superficial e tenacidade à fratura
2. Utilizar matérias-primas brasileiras para preparação das cerâmicas;
4. Comparar os resultados obtidos com os dos materiais comerciais existentes.

## 5. METODOLOGIA

### 5.1 MATERIAIS

As matérias-primas utilizadas para a preparação de cerâmicas para aplicações estruturais serão:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (micronizada da Alcoa, tamanho médio de partículas de 2  $\mu\text{m}$ ),  $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$  tetragonal pirocristalina – Ce-TZP (produzida no LAS/INPE pelo grupo SUCERA) e vidro à base de silicato de lantânio (marca In-Ceram, produzido pela Vita Zahnfabrik, Alemanha). Este vidro apresenta uma adequada molhabilidade em partículas de alumina e de zircônia. Serão produzidas e caracterizadas cerâmicas utilizando um pó comercial, In Ceram Zirconia, produzido pela Vita Zahnfabrik, Alemanha, cuja composição química é mostrada na Tabela.2. Estas cerâmicas serão produzidas de acordo com a orientação do fabricante.

Tabela.1 Composição química característica do vidro (em pó) In-Ceram fornecida pelo fabricante (em óxidos).

TIPO DE ÓXIDO	QUANTIDADE (% em peso)
$\text{SiO}_2$	14-18
$\text{Al}_2\text{O}_3$	14-18
$\text{B}_2\text{O}_3$	11-15
$\text{TiO}_2$	2-7
$\text{CaO}$	5-12
$\text{La}_2\text{O}_3$	25-34
$\text{CeO}_2$	4-9
$\text{ZrO}_2$	1-3

Obs.: Quantidade de óxidos corantes <2% (em peso)

Tabela.2 Composição química característica do pó In-Ceram Zirconia fornecida pelo fabricante (em óxidos).

TIPO DE ÓXIDO	QUANTIDADE (% em peso)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	67
Ce-TZP	33

### 5.2 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

#### 5.2.1 PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS DO GRUPO CONTROLE (In-Ceram Zirconia)

- Caracterização física dos pós (In-Ceram Zirconia e do vidro In-Ceram) por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação da forma e tamanhos de partículas e aglomerados e seus estados de aglomeração (LAS/CTE/INPE);
- Distribuição granulométrica da mistura de pós (IPEN)

- Compactação da mistura de pós por prensagem uniaxial com 40 MPa, para minimizar os gradientes de compactação na amostra (AMR/IAE/CTA);
- Pré-sinterização da cerâmica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$ - $\text{CeO}_2$  em temperatura de  $1180^\circ\text{C}$  por 2 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Porosimetria de mercúrio e de nitrogênio (LCP/INPE);
- Infiltração do vidro de  $\text{SiO}_2$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{La}_2\text{O}_3$  na cerâmica de  $\text{CeO}_2$ - $\text{ZrO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  e sinterização do conjunto na temperatura de  $1140^\circ\text{C}$  por 2:30 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Análise das microestruturas obtidas por MEV da superfície como sinterizada e de fratura das cerâmicas, para observação do seu grau de densificação (LAS/CTE/INPE).
- Identificação de fases cristalinas presentes nas cerâmicas por difração de raios X (LAS/CTE/INPE).

### 5.2.2 PRODUÇÃO DE PÓS DE Ce-TZP

- Co-precipitação dos hidróxidos de Ce e Zr, a partir de solução de cloretos (LAS/CTE/INPE);
- Extração líquido-líquido com álcool isopropílico (LAS/CTE/INPE);
- Secagem dinâmica em rotoevaporador, para minimizar a formação de aglomerados densos (LAS/CTE/INPE);
- Calcinação em  $400^\circ\text{C}$ , ao ar
- Caracterização física dos pós por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação da forma e tamanhos de partículas e de aglomerados e seus estados de aglomeração (LAS/CTE/INPE);
- Obtenção da curva de distribuição granulométrica do pó
- Difração de raios X, para identificação das fases presentes (Ce-TZP)

### 5.2.3 PROCESSAMENTO POR INFILTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS SINTERIZADAS (GRUPO EXPERIMENTAL 1)

A etapa de pré-sinterização e infiltração do vidro na cerâmica deverá ser realizada seguindo os procedimentos utilizados para a produção das cerâmicas de In-Ceram Zirconia.

- Caracterização física dos pós (por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação da forma e tamanhos de partículas e aglomerados e seus estados de aglomeração (LAS/CTE/INPE);
- Distribuição granulométrica dos pós de alumina e de Ce-TZP (IPEN)
- Mistura mecânica a úmido dos pós de 70%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 30% ( $\text{ZrO}_2$  com 14mol % de  $\text{CeO}_2$ ) (em peso) (LAS/CTE/INPE);
- Distribuição granulométrica da mistura de pós (IPEN)
- Compactação da mistura de pós por prensagem uniaxial com 40 MPa, para minimizar os gradientes de compactação na amostra (AMR/IAE/CTA);
- Pré-sinterização da cerâmica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{ZrO}_2$ - $\text{CeO}_2$ , em temperatura de  $1180^\circ\text{C}$  por 2 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Porosimetria de mercúrio e de nitrogênio (LCP/INPE)

- Compactação da mistura de pós por prensagem uniaxial com 40 MPa, para minimizar os gradientes de compactação na amostra (AMR/IAE/CTA);
- Pré-sinterização da cerâmica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - $\text{ZrO}_2$ - $\text{CeO}_2$  em temperatura de  $1180^\circ\text{C}$  por 2 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Porosimetria de mercúrio e de nitrogênio (LCP/INPE);
- Infiltração do vidro de  $\text{SiO}_2$ -  $\text{B}_2\text{O}_3$  - $\text{La}_2\text{O}_3$  na cerâmica de  $\text{CeO}_2$ - $\text{ZrO}_2$  -  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e sinterização do conjunto na temperatura de  $1140^\circ\text{C}$  por 2:30 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Análise das microestruturas obtidas por MEV da superfície como sinterizada e de fratura das cerâmicas, para observação do seu grau de densificação (LAS/CTE/INPE).
- Identificação de fases cristalinas presentes nas cerâmicas por difração de raios X (LAS/CTE/INPE).

### 5.2.2 PRODUÇÃO DE PÓS DE Ce-TZP

- Co-precipitação dos hidróxidos de Ce e Zr, a partir de solução de cloretos (LAS/CTE/INPE);
- Extração líquido-líquido com álcool isopropílico (LAS/CTE/INPE);
- Secagem dinâmica em rotoevaporador, para minimizar a formação de aglomerados densos(LAS/CTE/INPE);
- Calcinação em  $400^\circ\text{C}$ , ao ar
- Caracterização física dos pós por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação da forma e tamanhos de partículas e de aglomerados e seus estados de aglomeração (LAS/CTE/INPE);
- Obtenção da curva de distribuição granulométrica do pó
- Difração de raios X, para identificação das fases presentes (Ce-TZP)

### 5.2.3 PROCESSAMENTO POR INFILTRAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS SINTERIZADAS (GRUPO EXPERIMENTAL 1)

A etapa de pré-sinterização e infiltração do vidro na cerâmica deverá ser realizada seguindo os procedimentos utilizados para a produção das cerâmicas de In-Ceram Zirconia.

- Caracterização física dos pós (por microscopia eletrônica de varredura (MEV), para identificação da forma e tamanhos de partículas e aglomerados e seus estados de aglomeração (LAS/CTE/INPE);
- Distribuição granulométrica dos pós de alumina e de Ce-TZP (IPEN)
- Mistura mecânica a úmido dos pós de 70%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 30% ( $\text{ZrO}_2$  com 14mol % de  $\text{CeO}_2$ ) (em peso) (LAS/CTE/INPE);
- Distribuição granulométrica da mistura de pós (IPEN)
- Compactação da mistura de pós por prensagem uniaxial com 40 MPa, para minimizar os gradientes de compactação na amostra (AMR/IAE/CTA);
- Pré-sinterização da cerâmica de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - $\text{ZrO}_2$ - $\text{CeO}_2$ , em temperatura de  $1180^\circ\text{C}$  por 2 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Porosimetria de mercúrio e de nitrogênio (LCP/INPE)

- Infiltração do vidro de  $\text{SiO}_2$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{La}_2\text{O}_3$  na cerâmica de  $\text{CeO}_2$ - $\text{ZrO}_2$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$  e sinterização do conjunto em temperatura de  $1140^\circ\text{C}$  por 2:30 horas (Laboratório de Prótese Odontológica Master);
- Análise das microestruturas obtidas por MEV da superfície como sinterizada e de fratura das cerâmicas, para observação do seu grau de densificação (LAS/CTE/INPE).
- Difração de raios X, para identificação de fases cristalinas presentes nas cerâmicas por (LAS/CTE/INPE).

#### **5.2.4 PROCESSAMENTO POR MISTURA MECÂNICA DE PÓS E CARACTERIZAÇÃO DAS CERÂMICAS SINTERIZADAS (GRUPO EXPERIMENTAL 2)**

- Mistura mecânica a úmido dos pós de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Ce-TZP e vidro de  $\text{SiO}_2$ - $\text{B}_2\text{O}_3$ - $\text{La}_2\text{O}_3$ .
- Compactação da mistura de pós por prensagem uniaxial com 40 MPa e por prensagem isostática com 300 MPa, para minimizar os gradientes de compactação na amostra (AMR/IAE/CTA);
- Ensaio de dilatometria para determinação da temperatura e tempo de sinterização (IPEN);
- Sinterização das cerâmicas no tempo e temperatura determinados no item anterior (LAS/CTE/INPE);
- Análise das microestruturas obtidas por MEV das superfícies como sinterizada e de fratura das cerâmicas, para observação do seu grau de densificação (LAS/CTE/INPE).
- Identificação de fases cristalinas presentes nas cerâmicas por difração de raios X (LAS/CTE/INPE) Difração de raios X, para identificação de fases cristalinas presentes nas cerâmicas por (LAS/CTE/INPE).

#### **5.2.5 DETERMINAÇÃO DOS VALORES DOS PARÂMETROS DE PROPRIEDADES MECÂNICAS DAS CERÂMICAS**

Serão realizados os seguintes ensaios para determinação de parâmetros de propriedades mecânicas<sup>[20-24]</sup>.

- Ensaio de resistência à flexão em quatro pontos (AMR/IAE/CTA) - será utilizado para a medição da resistência à fratura das cerâmicas, pois dentre os métodos existentes<sup>[18]</sup> o ensaio de flexão pelo método quatro pontos é o que resulta em valores mais confiáveis, devido a um maior volume do corpo sendo submetido ao carregamento.
- Microdureza superficial (AMR/IAE/CTA) - será utilizada a técnica de penetração Vickers para obtenção dos valores de dureza superficial da cerâmica<sup>[16]</sup>.
- Tenacidade à fratura por indentação Vickers (LAB. MET. EMBRAER) - Este método permite a determinação da tenacidade da superfície da material. No ensaio, um penetrador Vickers é empregado para produzir trincas radiais à impressão feita na superfície da cerâmica.<sup>[16, 21, 22]</sup>

## **6. RESULTADOS ESPERADOS**

Os resultado esperados neste projeto de dissertação são:

- Produzir cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{ZrO}_2 - \text{CeO}_2$  sinterizadas via fase vítrea para uso em aplicações estruturais
- Obter cerâmicas densas em uma etapa de sinterização:
  - maior simplicidade de confecção;
  - menor de custo de produção da peça cerâmica.
- Determinação dos parâmetros de propriedades mecânicas nas cerâmicas sinterizadas utilizando fase vítrea:
  - Tensão de ruptura em flexão em 4 pontos
  - Microdureza superficial Vickers
  - Tenacidade à fratura por penetração Vickers

## 7. EQUIPAMENTOS A SEREM UTILIZADOS

- Microscópio Eletrônico de Varredura, da marca JEOL, modelo JSM-5310, produzido no Japão (LAS/CTE/INPE);
- Difratômetro de raios X, da marca Philips, modelo PW3710, com anodo de cobre com  $\lambda=1,54056$  e radiação  $K\alpha$ , produzido na Holanda (LAS/CTE/INPE);
- Prensa uniaxial da marca Caver, modelo B, produzida na Alemanha (AMR/IAE/CTA);
- Moinho centrífugo de bolas, da marca Retsch, modelo S100, produzido na Alemanha (LAS/CTE/INPE);
- Máquina de ensaios mecânicos universal Instron, modelo 4301 (AMR/IAE/CTA);
- Microdurômetro da marca Wilson, modelo 4TTaBB (AMR/IAE/CTA)
- Forno tipo mufla, modelo K50, marca Brasimet (LAS/CTE/INPE);
- Forno à vácuo Inceramat II, da marca Vita Zahnfabrick, produzido na Alemanha (Laboratório de Prótese Dental Master);
- Porosímetro de Mercúrio – Marca Quantachrome – Autoscan-33 (LCP/INPE)
- Porosímetro de Nitrogênio, da marca Quantachrome (LCP/INPE)
- Sedígrafo, da marca Micromeritics, modelo Sedigraph 5100 (IPEN/SP)
- Dilatômetro, da marca Netzsch, modelo DIL 402E/7 (IPEN/SP)

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. NONO, M.C.A. Cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina no sistema  $\text{CeO}_2\text{-ZrO}_2$  (Ce-TZP). *Tese de Doutorado ITA/CTA*, 1990.
2. FREITAS, D. Desenvolvimento de uma cerâmica de zircônia dopada com concentrado de óxidos de ítrio e de terras raras para aplicação como sensor de oxigênio. Dissertação de Doutorado, Faculdade de Engenharia Química de Lorena - FAENQUIL, Lorena, SP, 2000.
3. KURANAGA, C. Preparação e caracterização das propriedades mecânicas de cerâmicas de  $\text{ZrO}_2$  obtidas a partir de uma zirconita brasileira. Dissertação de Mestrado, Faculdade de Engenharia Química de Lorena - FAENQUIL, Lorena, SP, 1997

4. MINEIRO, S. L. Processamento e caracterização de cerâmicas de zircônia tetragonal policristalina estabilizada com mistura de óxidos de ítrio e de terras raras. *Dissertação de Mestrado Faculdade de Engenharia Química de Lorena*, 2000.
5. DEVEZAS, T. Emprego de cerâmicas especiais em máquinas de combustão interna: Estado da arte e previsão tecnológica. *Cerâmica* 31 (187): 147-164, Abril, 1985.
6. HENCH, L.L. Bioceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 81(7): 1705-1728, 1998.
7. QUINN, J.B.; SUNDAR, V., LLOYD, I.K. Influence of microstructure and chemistry on the fracture toughness of dental ceramics. *Dental Materials*, 19: 603-611, 2003
8. CESAR, P. F. Tenacidade à fratura e microestrutura de porcelanas odontológicas. *Tese de Doutorado em Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia da USP*, 2002.
9. DIAS, A. H. M. Estudo da influência das características químicas e microestruturais nas propriedades mecânicas de sistemas totalmente cerâmicos. *Tese de Doutorado em Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia da Universidade Estadual Paulista*, São José dos Campos, SP, 2002.
10. STEVENS, R. An introduction to zirconia. *Magnesium Electron Publ.*, (113) 1983.
11. CLAUSSEN, N. Strengthening strategies for ZrO<sub>2</sub> – toughened ceramic at high temperatures. *Mater. Sci. Eng.* 71: 23-38, 1985.
12. MARSHALL, D.B.; RITTER, J.E. Reability of adavanced structural ceramics and ceramic matrix composites – A review. *Am. Ceram. Soc. Bull*, 66(2): 309-317, Feb. 1987.
13. BARSOUM, M.W. *Fundamental of Ceramics*. Singapure: McGraw Hill, 1997.
14. REED, J. S. *Principles of Ceramics Processing – 2<sup>nd</sup> edition* Interscience Publication, 1994.
15. GARVIE, R. C. ; HANNINK, R.H.; PASCOE, R. T. Ceramic Steel. *Nature*, 258 (5537): 703-704, Dec. 1975.
16. EVANS, A.G., HEUER, A.H. Transformation toughening in ceramics: Martensitic transformations in crack – TIP Stress Fields. *Journal of the American ceramic Society*, v.63, n.5-6, p.241-248, 1980.
17. GARVIE, R.C. Thermodynamic analysis of the tetragonal to monoclinic transformation in a constrained zirconia microcrystal. Part 2: In the presence of an applied stress. *Journal of Material Science*, n.20 (1985), p.3479-3486
18. HANNINK, R.H.; KELLY, P.M.; MUDDLE, B.C. Transformation toughening in zirconia-containing ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.*, 83(3): 461-487, 2000.
19. CLAUSSEN, N.; RUHLE, M. Design of transformation-toughened ceramics. In: HEUER, A.H.; HOBBS, L.W. (Eds.), *Advanced in Ceramics, Science and Technology of Zirconia*, vol.3. American Ceramic Society Publ., Columbus, OH, 1991, p.137.
20. GREEN, D.J. *An introduction to the mechanical properties of ceramics*. Cambridge: University Press, 1988.
21. MEYERS, R.; CHAWLA, K. K. *Mechanical behavior of materials*. San Diego: Prentice Hall, 1998.
22. PIORINO, F. N. Sobre as variáveis que afetam a avaliação de modulo de ruptura em ensaios de flexão. *Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de São Carlos, São Paulo*. 1990.
23. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. *Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature*. Committee C-28, p. 226-232, 2001.

24. NETO, F.P., FURLAM, J.P., CUNHA, P.A., MELLO, F.C.L., CAIRO, C.A.A. Estudo comparativo para ensaios de tenacidade à fratura em cerâmicos de alto desempenho. *Cerâmica*, 36, (245), 1990

24. NETO, F.P., FURLAM, J.P., CUNHA, P.A., MELLO, F.C.L., CAIRO, C.A.A. Estudo comparativo para ensaios de tenacidade à fratura em cerâmicos de alto desempenho. *Cerâmica*, 36, (245), 1990

## 9. CRONOGRAMA DE ATIVIDADES

ATIVIDADES	TRIMESTRE							
	1°	2°	3°	4°	5°	6°	7°	8°
<b>1. Atividades acadêmicas (disciplinas e exame de Proposta de Dissertação)</b>	xxx	xxx	xxx	xxx	xxx			
<b>2. Revisão bibliográfica</b>			xxx	xxx	xxx	xxx	xxx	
<b>3. Caracterização dos pós</b>				xxx	xxx			
<b>4. Compactação, sinterização e caracterização das cerâmicas</b>					xxx	xxx		
<b>5. Medição das propriedades mecânicas</b>						xxx	xxx	
<b>6. Redação e defesa da Dissertação</b>							xxx	xxx

Obs: x = 1 mês

Início: março/2002

Término: fevereiro/2005

## ANEXO 1

### TRABALHOS APRESENTADOS EM CONGRESSOS E SUBMETIDOS

NONO, M. C. A.; MINEIRO, S.L.; BECK, H. Cerâmicas de Ce-ZrO<sub>2</sub> Tetragonal Policristalina. Apresentado na 20<sup>o</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica (SBPqO), 31 de agosto a 04 de setembro de 2003, Águas de Lindóia, SP, Brasil.

– Vencedor do Prêmio de Melhor Trabalho na Área de Materiais da 20<sup>o</sup> Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica (SBPqO), 31 de agosto a 04 de setembro de 2003, Águas de Lindóia, SP, Brasil.

– Convidado para apresentação no 22<sup>o</sup> Congresso Internacional de Odontologia de São Paulo (CIOSP), de 25 a 29 de janeiro de 2004, São Paulo, SP, Brasil.

NONO, M. C. A.; BECK, H.; MINEIRO, S.L. Cerâmicas de Zircônia para Aplicações Estruturais em Odontologia. Aceito para apresentação no 22<sup>o</sup> Congresso Internacional de Odontologia de São Paulo (CIOSP), de 25 a 29 de janeiro de 2004, São Paulo, SP, Brasil.