

# PROPRIEDADES MECÂNICAS E ÓPTICAS DA VITROCERÂMICA DE COMPOSIÇÃO PIROPO

Felipe Righo Kulbieda<sup>1</sup>, Altair Sória Pereira<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Laboratório de Altas Pressões e Materiais Avançados - (LAPMA) – Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) - Av. Bento Gonçalves, 9500, Prédio 43133, Sala 102 – Porto Alegre – RS – Brasil.

Autor correspondente: \*felipe.kulbieda@ufrgs.br

## 1-INTRODUÇÃO

Vitrocerâmicas são materiais policristalinos produzidos pela cristalização controlada de vidros. Em função das diferentes possibilidades de aplicações desses materiais, é importante desenvolver novas técnicas de processamento que permitam a produção desse tipo de material com propriedades distintas.

Neste trabalho quatro amostras monolíticas do vidro piropo foram estudadas. Duas amostras foram submetidas à pressão de 7.7 GPa, uma à temperatura ambiente e outra à alta temperatura, a fim de obter uma amostra completamente cristalizada. Adicionalmente, uma amostra virgem e uma amostra completamente cristalizada em pressão atmosférica foram analisadas

A caracterização das propriedades ópticas e mecânicas deste conjunto de amostras foi realizada pelas técnicas de elipsometria e medida dinâmica de dureza, respectivamente.

## 2-OBJETIVO

No presente trabalho a influência da pressão e/ou temperatura nas propriedades mecânicas e ópticas da vitrocerâmica de composição piropo ( $Mg_3Al_2Si_3O_{12}$ ) foi investigada.

## 3-Técnica de alta pressão

A técnica de alta pressão utilizada neste trabalho envolve o uso de câmaras do tipo toroidal [Figura 1] [1, 2, 3]. Neste sistema uma prensa hidráulica de 400 toneladas-força [Figura 2], e um sistema de aquecimento elétrico por correntes de até ~1000 A, permitem atingir pressões até ~8 GPa e temperaturas até 2000 °C. A corrente passa por um forno de grafite, que faz parte da célula de processamento da amostra, que também é composta por uma cápsula de nitreto de boro hexagonal (hBN) e por discos de pirofilite.

Para aferir a pressão e temperatura aplicadas durante o processamento, é necessário que se faça uma calibração de pressão e uma calibração de temperatura.



Figura 2. Prensa de 400Tonf.



Figura 1. Câmaras do tipo toroidal.

## Resultados

### 4- Propriedades ópticas

O índice de refração  $n$  e o coeficiente de extinção  $k$  das quatro amostras estudadas foram medidos na faixa de comprimentos de onda de 0,25 a 0,85  $\mu m$  [4]. O índice  $n$  aumentou para as amostras processadas com temperatura [Figura 3]. No caso do índice  $k$ , não foram observadas mudanças significativas.

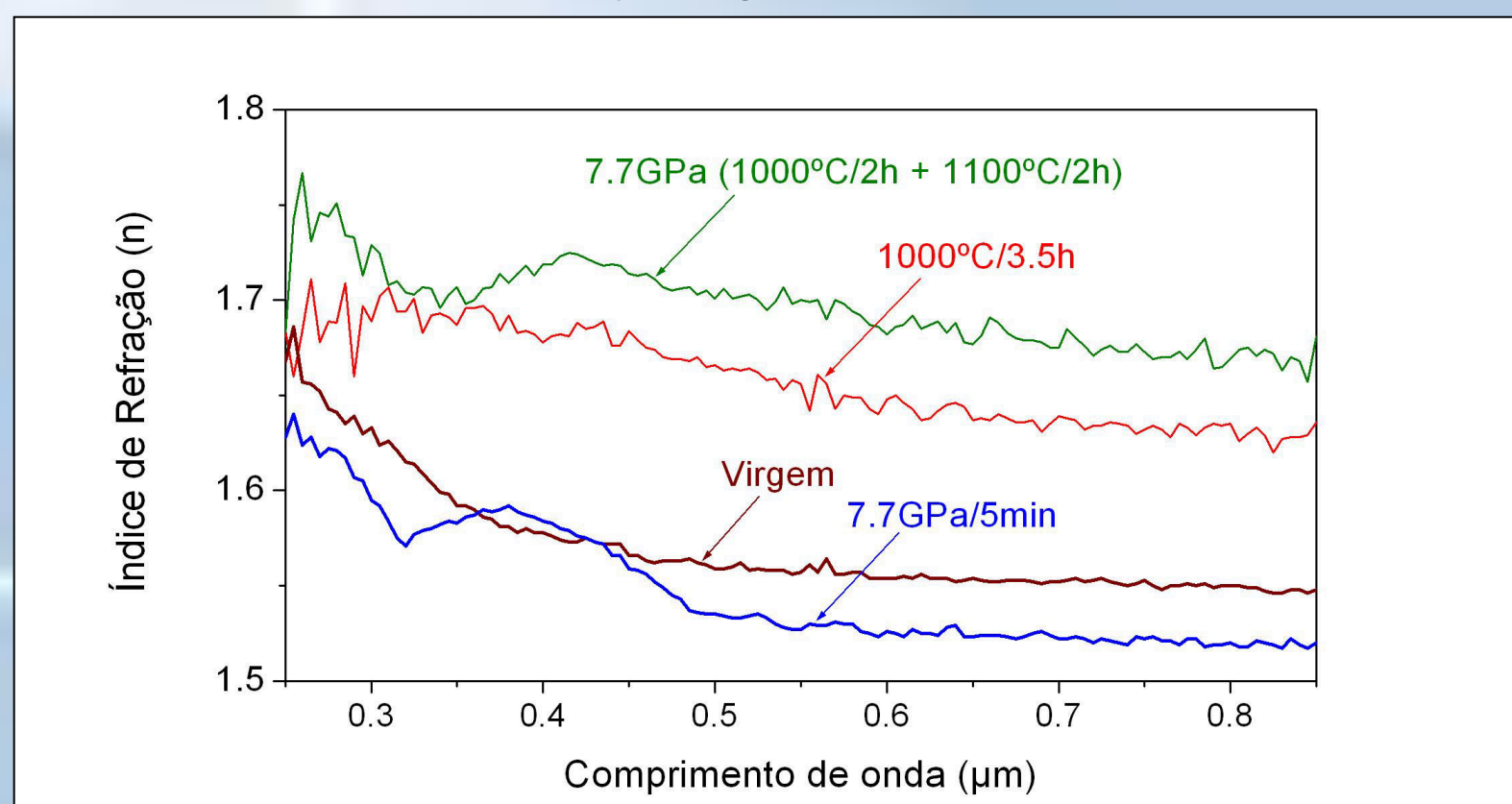


Figura 3. Índice de refração (n) em função do comprimento de onda.

### 5- Análise do padrão de trincas

Os tipos de trincas encontrados após o ensaio de medida dinâmica de dureza foram classificados de acordo com o modelo morfológico de trincas de Cook e Pharr [5]. As figuras abaixo e a tabela 1 mostram impressões típicas de dureza e suas classificações, respectivamente, obtidas para o conjunto de amostras estudadas. (carga aplicada: 400mN ponta canto de cubo).



Figura 4. Virgem

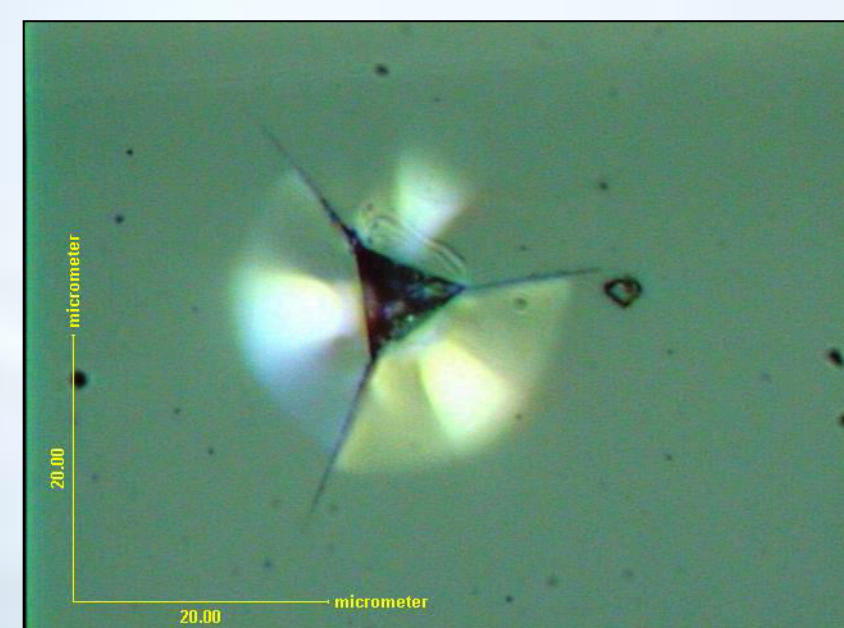


Figura 5. 7.7GPa/5min



Figura 6. 7.7GPa (1000°C/2h + 1100°C/2h)



Figura 7. 1000°C/3.5h

Tabela 1. Estudo de trincas

Amostra	Trincas existentes	Trincas predominantes
Virgem	Lateral e radial 1°	Radial 1°
7.7GPa/5min	Lateral e radial 1°	Lateral
1000°C/3.5h	Lateral, radial 1° e 2°	Radial 1° e 2°
7.7GPa (1000°C/2h + 1100°C/2h)	Mediana e radial 1°	Radial 1°

### 6- Dureza e Módulo de Elasticidade

Ensaio de dureza foram realizados no conjunto de amostras pela técnica de medida dinâmica. A técnica consiste em fazer penetrar uma ponta de diamante no material (carregamento), controlando e registrando os valores da carga aplicada 'P' e da área de contato projetada 'A(hc)' por meio de sensores [6] [Eq. 1].

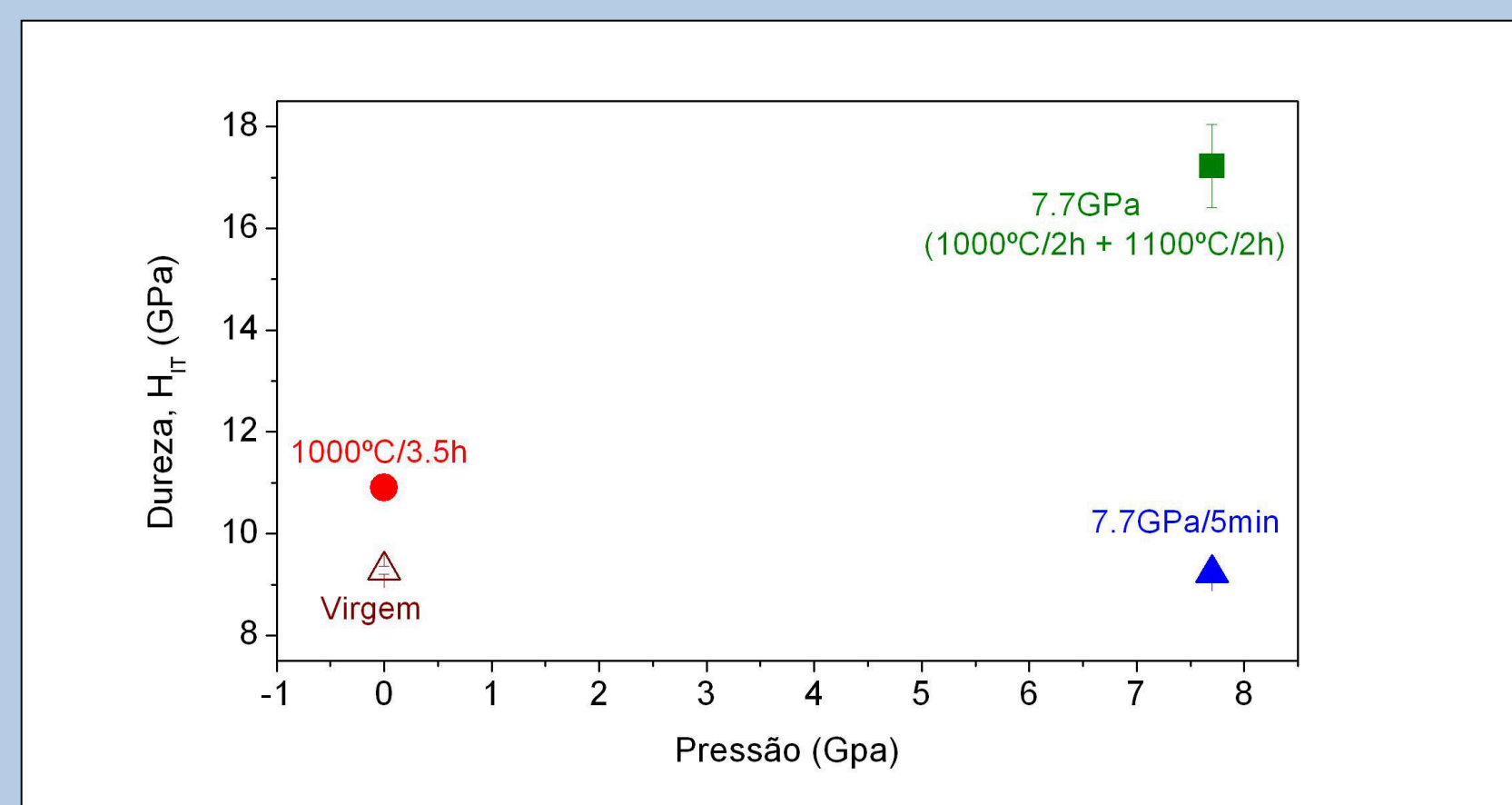


Figura 8. Resultados de dureza ( $H_T$ ): ■ 7.7GPa em 1000°C/2h + 1100°C/2h, ▲ 7.7GPa/5min, ● 1000°C/3.5h e △ virgem.

$$H = \frac{P}{A(hc)}$$

EQ. 1

Os valores do módulo de elasticidade (E) das amostras foram obtidos a partir da inclinação da curva de descarregamento, nomeada 'S' [Eq. 2]. Onde se deriva uma equação para 'E', sendo 'A(hc)' a área de contato projetada e ' $\beta$ ' um fator constante de correção da geometria do indentedor [Eq. 3].

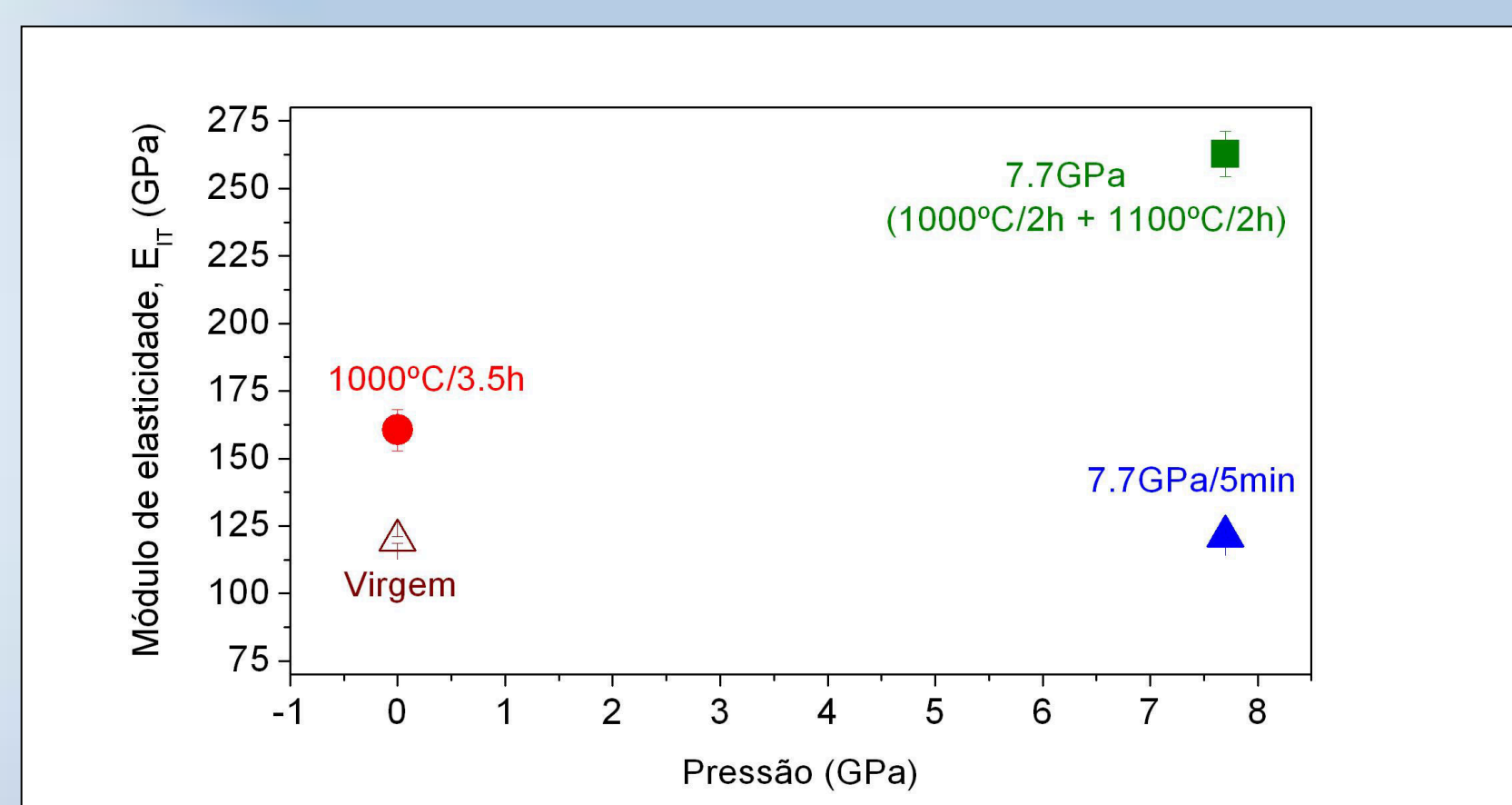


Figura 9. Resultados do módulo de elasticidade ( $E_T$ ): ■ 7.7GPa em 1000°C/2h + 1100°C/2h, ▲ 7.7GPa/5min, ● 1000°C/3.5h e △ virgem.

$$S = \frac{dp}{dh}$$

EQ. 2

$$E = \frac{S \sqrt{\pi}}{2 \beta A(hc)}$$

EQ. 3

## 7- Conclusão

Quando experimentos são realizados em alta temperatura ocorrem cristalizações completas das matrizes amorfas, justificando o aumento de  $n$ ,  $H_T$  e  $E_T$ .

A formação da vitrocerâmica piropo em alta pressão e alta temperatura é, portanto, uma maneira de obter materiais com propriedades mecânicas e ópticas elevadas, devido à formação de fases mais densas.

## 8-REFERÊNCIAS

- [1] F. P. Bundy. Physics Reports, Amsterdam, 167:133, 1998.
- [2] H. T. Hall. Office of Naval Research, 10:730-738, 1993
- [3] S. R. S. Soares. Tese de Doutorado, UFRGS/PGCIMAT, 2003.
- [4] Silvio Buchner, Marcelo Barbalho Pereira, Naira Maria Balzaretti. Optical Materials 34 (2012) 826-831.
- [5] Robert F. Cook, George M. Pharr. Ceramic Society 73: 787-817, 1990.
- [6] Alexandre Mikowski., Tese de doutorado. UFPR 2008.