



Nb₂O₅ COMO ADITIVO DE SINTERIZAÇÃO EM COMPÓSITO Al₂O₃ -1,5% ZrO₂

Thales Lima Da Silva,
Elton Douglas Heriger Pereira,
Adriano Alves Rabelo

Eixo Temático/Área de Conhecimento: Engenharias/Materiais não metálicos

1. INTRODUÇÃO

A busca constante por novos materiais e novas tecnologias, devido à modernização, vem trazendo consigo o estudo de diversos materiais em vastas áreas de aplicação atualmente, como as cerâmicas avançadas, que são elaboradas com matérias primas de alto grau de pureza, e tamanho das partículas apropriados. Essas características exigem maiores cuidados em suas etapas de processamento evitando assim possíveis contaminações, possibilitando maior desempenho final destas cerâmicas de alta tecnologia como excelente resistência às elevadas temperaturas e à corrosão. Neste âmbito, a alumina tem grande destaque e é um das matrizes de compostos mais utilizadas devido suas propriedades, entre elas o elevado módulo de elasticidade, alta refratariedade e dureza, boa condutividade térmica, e sua alta resistência mecânica em baixas e altas temperaturas [1].

Neste trabalho avaliou-se a microestrutura do compósito Al₂O₃ 98.5% - 1.5% ZrO₂, tendo como aditivo de sinterização o Nb₂O₅. Aditivos de sinterização influenciam na cinética da sinterização da alumina, possibilitando alta taxa de retração e densidades, sendo capaz de inibir o crescimento dos grãos ou acelerar o crescimento de grão, dando maior coesão entre as partículas sinterizadas, promovendo grãos com uma maior densificação [1].

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Para o processamento deste nanocompósito foram utilizados as matérias-primas alumina (98,9%), zircônia monoclínica (99,5%) e nióbia (99,5%). Na composição do compósito de matriz alumina com dispersão de zircônia utilizou-se 98.5%p. de Al₂O₃, 1.5%p. ZrO₂ e 0.2%v.; 0.4%v.; e 0.6%v. e Nb₂O₅, misturados em moinho de bolas, em frasco de polietileno com esferas de zircônia de 3 e 5 mm de diâmetro. Adicionou-se 1%p. de Butvar 98 como defloculante, 0.5%p. de ácido oleico como lubrificante e de álcool isopropílico, com 24 h de moagem. Após secagem com jato de ar quente, seguiu-se com o peneiramento em malha de 100 mesh, para eliminar aglomerados. Posteriormente foi realizada a prensagem uniaxial numa matriz cilíndrica com carga de 180 MPa. Foram conformados 24 corpos de prova à verde com diâmetro de 10 mm e aproximadamente 5 mm de altura. Os mesmos foram calcinados à temperatura de 500 °C/3h a 10°C/min. Realizou-se a sinterização a 1450, 1500 e 1550 °C (10°/min) por 1 hora. Realizou-se a caracterização pelo método de Arquimedes e microscopia eletrônica de varredura para análise da microestrutura.

Tabela 1. Formulações realizadas neste trabalho.

Al ₂ O ₃ (%p.)	ZrO ₂ (%p.)	Nb ₂ O ₅ (%v.)
98,5	1,5	0,0
98,5	1,5	0,2
98,5	1,5	0,4
98,5	1,5	0,6

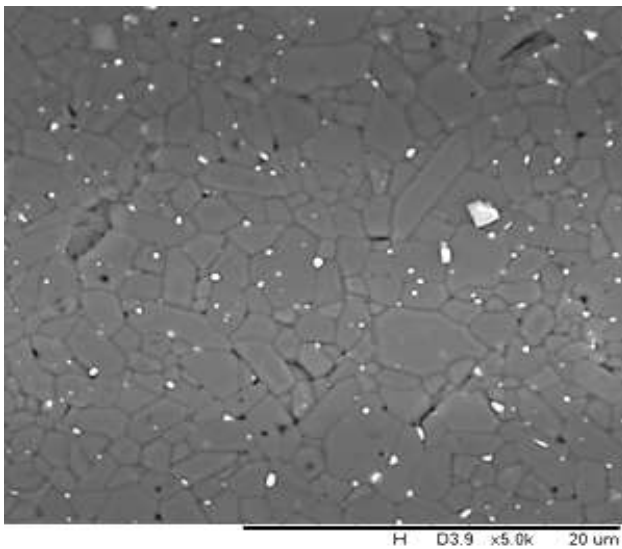
Fonte: Autor

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

A temperatura de sinterização de 1450 °C/1h foi a que menos influenciou de forma significativa na densificação, deixando uma porosidade ainda elevada nas amostras envolvendo todos os teores de Nb₂O₅. No entanto, em 1550 °C se obteve uma melhor densificação das partículas, analisando o fato de que com aumento

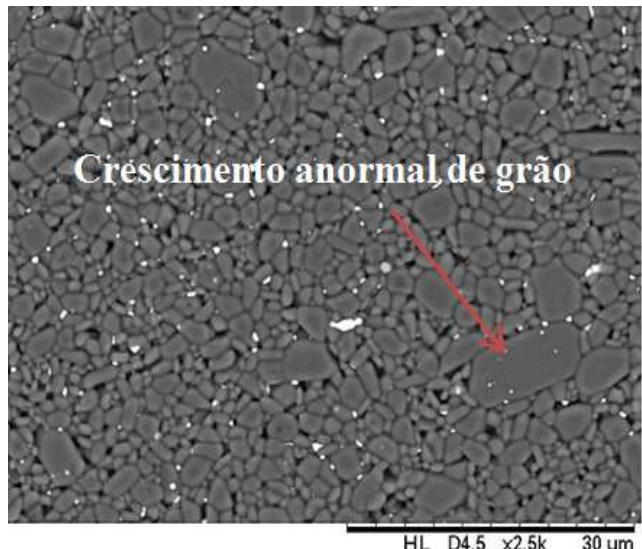
do teor de óxido de nióbio, notou-se o aparecimento de grãos maiores, de tamanhos variados, e eventual crescimento anormal de grãos. Portanto, a adição de nióbia acelerou o crescimento dos grãos como apresentado nas Figuras 1 a 4. Hassan e colaboradores [5] relataram que o aumento do teor de Nb_2O_5 favorece o crescimento anormal dos grãos de Al_2O_3 . No entanto, não observaram fases intergranulares por análises microestrutural e sim regiões claras e esparsas na microestrutura das amostras sinterizadas a $1650\text{ }^\circ\text{C}$ as quais identificaram como Nb_2O_5 .

A formulação sem uso de dopante representada na Figura 1 teve um melhor desempenho em relação a eliminação de porosidade com contornos de grão bem definidos e zircônia bem distribuída. No entanto, observa-se nas Figuras 2 e 3 um aumento de porosidade e de tamanho de grão com o aumento do teor de Nb_2O_5 . Nota-se também a boa dispersão da zircônia nos contornos de grão de alumina e nos pontos triplos. A nióbia não foi observada pela análise microestrutural. Pressupõe-se que devido estar presente em pequenas quantidades neste estudo. Observa-se na Figura 4 a ocorrência de poro no interior dos grão, que são mais difíceis de serem eliminados na sinterização.



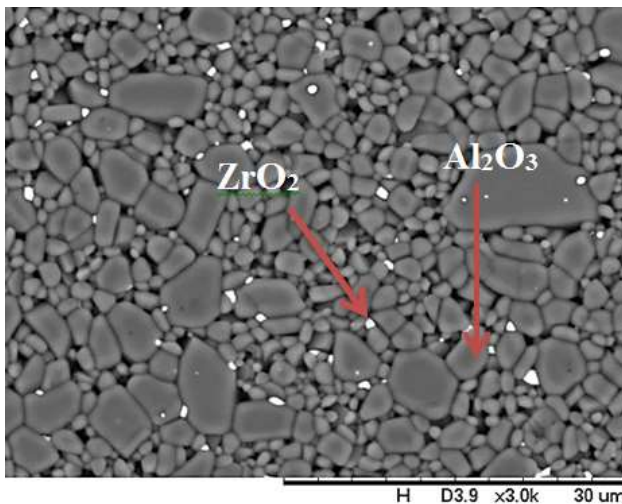
IGE-UNIFESSPA

Figura 1. 0,0% v. de Nb_2O_5 , $1550\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$.



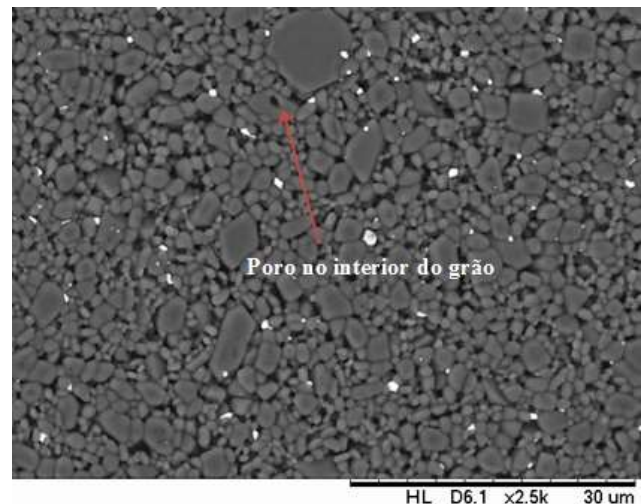
IGE-UNIFESSPA

Figura 2. 0,2% v. de Nb_2O_5 , $1550\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$.



IGE-UNIFESSPA

Figura 3. 0,4% v. de Nb_2O_5 , $1550\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$



IGE-UNIFESSPA

Figura 4. 0,6% v. de Nb_2O_5 , $1550\text{ }^\circ\text{C}/1\text{h}$.

Na imagem apresentada na Figura 5 verificou-se a zircônia segregada em determinadas regiões da amostra, uma vez que existe uma tendência natural de aglomeração em pós nanométricos, muito reativos, devido à alta energia de superfície das partículas primárias e, portanto, tendem a se aglomerar, reduzindo sua área superficial específica.

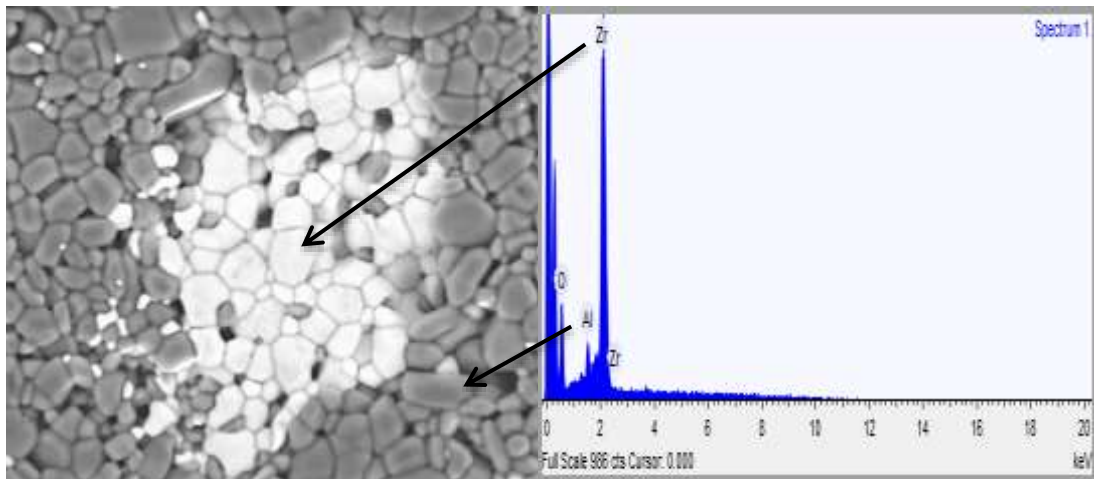


Figura 5. Amostra com 0,4%v. de Nb_2O_5 – 1500 °C/1h, com auxílio do EDS.

No diagrama de fases Alumina/Nióbia, o Nb_2O_5 funde a temperaturas próximas a 1450°C, havendo então talvez uma interação com a alumina. A Nióbia adicionada pode ter reagido com alguns grãos de alumina, devido terem maior tensão superficial, podem ter formado pequenas quantidades de fase líquida durante a sinterização, fazendo com o que os grãos crescessem. Também vale ressaltar que, a presença de fase vítrea depende da composição, e no caso do trabalho apresentado, estamos lidando com matérias primas de alto grau de pureza, o que diminui a quantidade de fase vítrea. No entanto, não foi visto sinais de fase líquida nas imagens do MEV.

3.1 Propriedades Tecnológicas

A absorção em água diminuiu com o aumento da temperatura, como podemos ver na Figura 6 (a), enquanto que de forma coerente a porosidade diminuiu, conforme apresentado na Figura 6 (b). No entanto, o aumento em volume de Nióbia na temperatura de 1500°C os resultados foram semelhantes. É importante ressaltar que o ponto de fusão da nióbia é de 1512 °C. As temperaturas de sinterização de 1450 para 1550°C por 1 hora mostram claramente que a adição deste dopante influenciou de forma relevante, com a evolução da porosidade mais lenta para maiores teores do aditivo Nb_2O_5 uma vez que o estágio final de sinterização quando os poros ficam isolados é mais rápido e, conseqüentemente, proporciona maior crescimento de grão no estágio final.

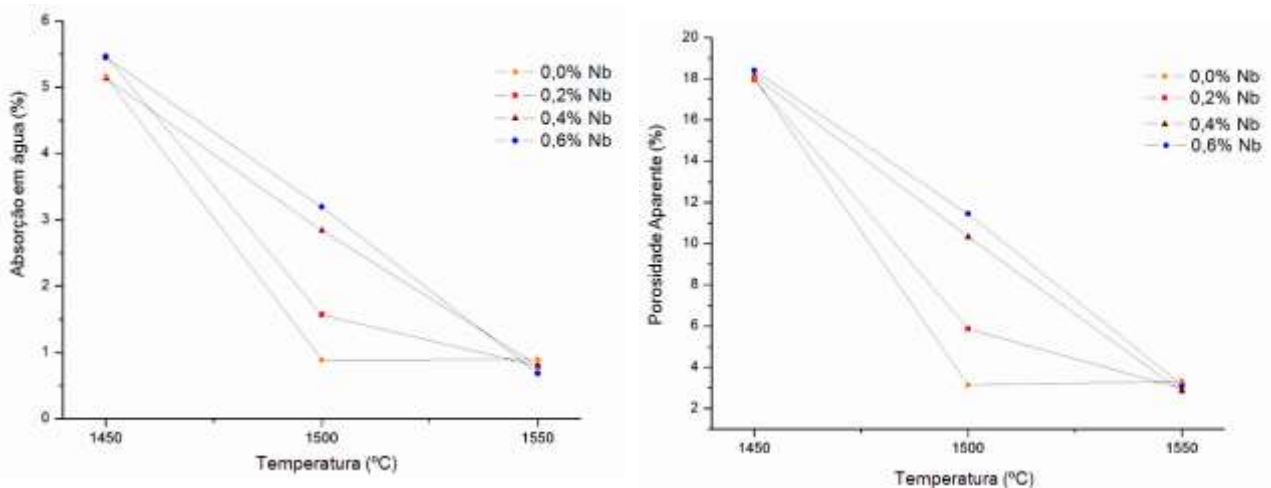


Figura 6. Absorção em água e porosidade aparente analisadas nas temperaturas de 1450,1550 e 1550 °C/1h.

A densidade aparente também seguiu da mesma forma, tendo amostras mais densas nas maiores temperaturas, porém, diminuindo a densidade à medida que se aumentava o teor de nióbia, mais uma vez sendo mais visível na temperatura de 1500°C. Hassan [3] fazendo uma análise entre densidade e porosidade, analisou que o aumento do conteúdo de Nb_2O_5 aumentou a densidade aparente do corpo e diminuiu a sua aparente porosidade, o que não foi obtido com o mesmo sucesso neste trabalho, e de forma bem visível na temperatura de 1500°C, na qual o aumento de Nb_2O_5 diminuiu a densidade aparente dos corpos.

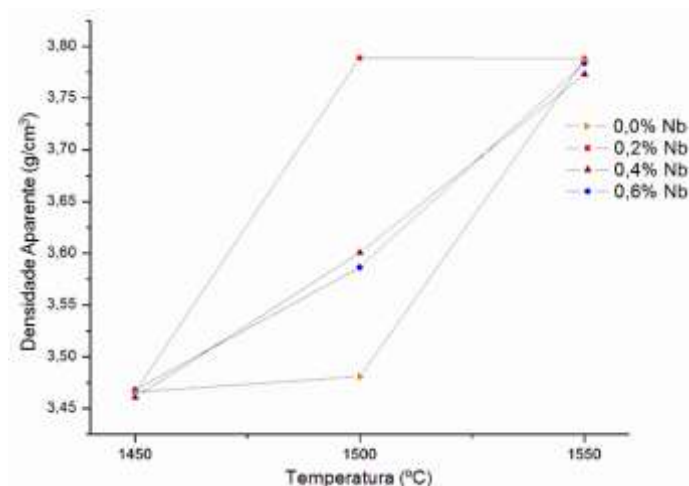


Figura 7. Densidade aparente em função da temperatura de sinterização.

4. CONCLUSÃO

A adição de 0,2% de nióbia possibilitou um ganho diferenciado de densidade a 1500 °C, com eliminação mais eficiente de poros. A presença de Nb_2O_5 no compósito analisado, embora não detectada nas microestruturas analisadas, acarretou um aumento linear do tamanho de grão com o aumento do teor adicionado e com temperaturas maiores, o que possibilita afirmar que o uso deste aditivo de sinterização numa matriz de alumina atua como um acelerador de crescimento de grão devido com formação de fase líquida.

REFERÊNCIAS

- [1] ASSIS, J.M.K. **Estudo comparativo de compósitos alumina zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivada com nióbia para aplicações estruturais**. Dissertação de Mestrado, Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores, INPE, São José dos Campos, 2008.
- [2] PIERRI, J.J., MAESTRELLI, S.C., PALLONE, E.M.J.A., TOMASI, R. **Dispersão de nanopartículas de ZrO_2 visando produção de nanocompósitos de ZrO_2 em matriz de Al_2O_3** . Cerâmica, 51 (2005) 08-12.
- [3] HASSAN, A.M., NAGA, S.M., AWAAD, M. Toughening and strengthening of Nb_2O_5 doped zirconia/alumina (ZTA) composites. Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 48 (2015) 338–345.
- [4] ACCHAR, W. **Produção de alumina sinterizada com adições de nióbia**. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Exército Brasileiro, Ministério da Defesa, Rio de Janeiro, 143, f.1985.
- [5] HASSAN, A.M.; AWAAD, M.; BONDIOLI, F.; NAGA, S.M. **Densification behavior and mechanical properties of niobium-oxide-doped alumina ceramics**. Journal of Ceramic Science and Technology, 5 (2014) 51-56.
- [6] HSU, Y.; WANG, S.; WANG, Y.; CHEN, S. **Effect of niobium doping on the densification and grain growth in alumina**. Ceramics International, 34 (2008) 1183-1187.
- [7] LAYDEN, G.K. **The System $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5$** . Journal of the American Ceramic Society, 46 (1963) 506.