

OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPOSTO Al_2O_3 E Nb_2O_5 VIA METALURGIA DO PÓ

Erbenia Taciane Fernandes da Foneca¹, Manoel Quirino da Silva Júnior²

¹ Graduanda do curso Bacharelado em Ciência e Tecnologia, UFRSA, Mossoró – Rio Grande do Norte. E-mail: erbenia.fernandesf@gmail.com

² Professor Doutor, RN – UFRSA, Mossoró – Rio Grande do Norte. E-mail: manol.quirino@ufrsa.edu.br

Resumo:

A alumina tem um vasto campo de aplicação na engenharia com isso procure-se afeiçoar formas de ser ter um produto com melhores propriedades e de baixo custo. A alumina tem como principal limitação ponto de fusão relativamente alto e estudos buscam de minimizar isso, como é o caso do pentóxido de nióbio. Este trabalho busca verificar o efeito do uso da nióbia em diferentes concentrações e o efeito das diferentes pressões de compactação em sua microestrutura através da microscopia ótica. O pentóxido de nióbio foi utilizado como aditivo de sinterização da alumina em concentrações mássicas de 25, 50 e 75%. Os pós, após homogeneização, foram prensados uniaxialmente em diferentes pressões 250, 500 e 750 MPa em forma de pastilhas cerâmicas com 10 mm de diâmetro. As peças verdes foram sinterizadas a uma temperatura de 1000°C, durante duas horas. Após a sinterização, as peças foram submetidas a um processo de lixamento com lixas de diferentes granulometrias e polimento utilizando-se pasta diamantada. A microestrutura das amostras foi analisada por Microscopia ótica. Os resultados indicam que a nióbia, não reagiu de forma esperada onde o principal destaque deu-se na variação de pressão que mostrou uma diminuição no diâmetro dos poros e uma melhor densificação com pressões maiores.

Palavras-chave: alumina; pentóxido de nióbio; metalurgia do pó;

1. INTRODUÇÃO

Os materiais cerâmicos podem ser divididos de acordo com suas aplicações e costuma-se dividi-los em: cerâmicas tradicionais e avançadas. As cerâmicas tradicionais são todos os materiais cerâmicos fabricados a partir de matérias-primas obtidas na natureza, como é o caso da argila. Já as cerâmicas avançadas são compostas por materiais sintéticos de alto grau de pureza, como é o caso do óxido de alumínio (Al_2O_3 , Alumina) preparado por métodos mais sofisticados e envolvendo processos mais controlados. O que difere as avançadas das tradicionais é ter um controle mais rígido dos materiais empregados e das etapas de processamento, o que influenciará em suas propriedades e microestrutura. [1]

Os materiais cerâmicos fundem-se em altas temperaturas e são frágeis quando submetidos a esforços de tração, com isso o processo de conformação por fusão ou solidificação seguidos de processos termomecânico não são ideais para as cerâmicas e para se obter peças com uma geometria definida usa-se a prensagem dos pós, análogo a metalurgia do pó. Tem como principais defeitos, os poros, a presença deles degrada as propriedades mecânicas de cerâmicas densas, facilitando o início de trincas que podem levar à fratura. [2]

A metalurgia do pó é um processo de fabricação que se distingue dos processos convencionais de fabricação e tem como características a utilização de pós como matéria prima, presença de pouca ou nenhuma fase líquida durante o processo, pode-se fabricar peças com formas definitivas ou quase definitivas, dentro de tolerâncias muito estreitas, podendo ou não realizar processos de usinagem posteriores ou de acabamento, como também fabricar componentes estruturais e físicos com formas complexas e propriedades difíceis de obter nos processos convencionais. [3]

O óxido de alumínio, alumina (Al_2O_3), é uma cerâmica avançada com um vasto campo de aplicações dentre os quais tem destaque a utilização em refratários de fornos ou outras aplicações sujeitas a altas temperaturas, isolantes de velas de ignição, elemento estrutural e restaurações odontológicas. [2]

A alumina possui um alto ponto de fusão, devido a isso e para não tornar o processo de sinterização caro costuma-se usar aditivos de sinterização para ajudar na densificação da alumina. Um desses aditivos é o pentóxido de nióbio (Nb_2O_5 , nióbia) onde se obtém temperaturas mais baixas e menores tempos de sinterização. [4]

Levando em conta esse vasto campo de aplicações da alumina e a dificuldade de se produzir materiais cerâmicos por processos convencionais, tem-se o estudo do composto de alumina e pentóxido de nióbio pelo

processo de Metalurgia do Pó para averiguar a mudança de suas propriedades mecânicas alterando as pressões de compressão e composição do percentual em peso da alumina, buscando uma temperatura mais baixa de sinterização e melhor densificação da alumina.

2. DESENVOLVIMENTO

2.1. Fundamentação teórica

Por conta do seu custo benefício a alumina é amplamente utilizada como material de engenharia e também por suas propriedades mecânicas e físicas tais como, módulo de elasticidade elevado, refratariedade alta, dureza alta, condutividade térmica superior à maioria dos óxidos cerâmicos, alta resistência ao ataque químico, alta resistência em altas e baixas temperaturas. Como os demais materiais, a alumina tem suas limitações. Se comparada as outras cerâmicas avançadas, como Nitreto de Silício (Si_3N_4), a Zircônia (ZrO_2) e a Sialon, que são outras cerâmicas avançadas, possui valores inferiores quando se trata de resistência a tração, flexão e impacto, mostrados na Tabela 1. [5-2]

Tabela 1. Propriedades mecânicas de cerâmicas avançadas (Adaptado)[2]

Materiais	Limites de resistência à tração (MPa)	Resistência à flexão (MPa)	Tenacidade à fratura (MPa)
Alumina	207	552	55
Nitreto de Silício (prensado a quente)	552	896	55
Sialon	414	965	99
Zircônia (parcialmente estabilizada)	448	690	110

A alumina aparece na natureza na forma de “corundum”, que é mais conhecido como rubi ou safira. Rubi e safira são consideradas gemas preciosas e possuem alta inércia química e alta dureza. O pó industrial de alumina é produzido em grande quantidade através da bauxita, utilizando o processo Bayer. [6]

A alumina apresenta caráter predominantemente iônico, possuindo uma densidade cristalográfica de $3,984 \text{ g/cm}^3$, ponto de fusão de 2050°C e sua total densificação só é obtida em temperaturas de sinterização muito elevadas, próximas a 1600°C . [6-4]

A diversidade de aplicações da alumina está associada às suas numerosas propriedades, que está relacionada à suas diferentes estruturas cristalinas. Na literatura é possível encontrar ao menos oito fases cristalográficas para a alumina, que são alfa, gama, delta, eta, teta, capa, qui e lambda. [7]

As fases que possuem mais aplicações são as fases gama, beta e alfa. A alumina na fase gama é utilizada como catalisador, em função da sua área específica. A alumina beta é usada como eletrólito sólido, devido à sua elevada condutividade iônica. E a alumina alfa é utilizada em aplicações termomecânicas, devido às suas excelentes propriedades como refratariedade, estabilidade química e dureza. [1-8]

Por conta do seu alto ponto de fusão, para minimizar gastos e alcançar a máxima densificação vem se estudando o uso de aditivos cerâmicos afim de se obter um material com alta densidade e tamanho de grão controlado. Esses compostos servem como estabilizadores de fase, que estabilizam uma fase de alta temperatura à temperatura ambiente, modificadores ou dopantes, que tem como principal função modificar e/ou otimizar uma propriedade, para que a cerâmica sinterizada apresente esta determinada propriedade ou a tenha em magnitude otimizada, e auxiliares de sinterização que tem como finalidade, aumentar a densificação do material e controlar o crescimento de grão. Dentre os aditivos possíveis de serem utilizados para a sinterização auxiliada por fase líquida da alumina, tem-se a nióbia.[9-4]

Com a adição de nióbia, pode-se sinterizar a alumina pura a uma temperatura mais baixa e em menos tempo. Este efeito é reforçado com o aumento da sua concentração. Ela promove o crescimento do grão da microestrutura final e esse crescimento aumenta com o aumento da concentração da nióbia. A nióbia é adicionada à alumina em concentrações entre 0,1% e 6,0 % em massa e proporciona um aumento na taxa de retração, densidade elevada, e boas propriedades mecânicas, nas amostras sinterizadas em temperaturas abaixo da temperatura de sinterização da alumina não aditivada. [10-11]

A metalurgia do pó, como mencionado acima, é um processo de fabricação por conformação ideal para cerâmicas e consiste nas seguintes etapas, escolha dos pós e de aditivos, tais como lubrificantes de matrizes, mistura e homogeneização dos pós, compactação e sinterização. [3]

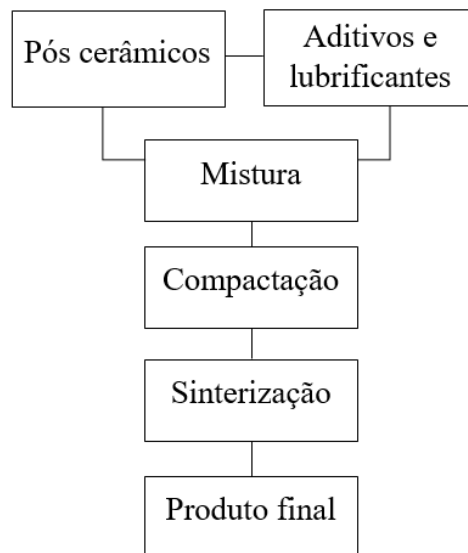


Figura 1. Etapas do processamento de cerâmicas via metalurgia do pó (Adaptado) [3]

A escolha dos pós é uma das etapas mais importantes, pois é a partir das suas propriedades pode se compreender como o pó se comportará em serviço e isso irá ajudar na reprodução do comportamento do pó durante seu processamento. Sabendo isso se parte para escolha de seus aditivos, que poderá ajudar como citado acima na sinterização ou na compactação do pó. Após realizado a escolha do pó e de seus aditivos mistura-se os pós até obter a homogeneização. [3]

A etapa de lubrificação tem como objetivo diminuir o atrito entre o compactado e as paredes da matriz. Os lubrificantes mais usados são ácido esteárico, estearato de zinco, estearato de lítio e ceras sintéticas. [3]

A compactação consiste em conformar o pó na forma projetada, dar as dimensões finais ou aproximadamente, a adequada densidade verde ao compactado, a resistência mecânica necessária para o manuseio e proporcionar o contato necessário entre as partículas de pó para que o processo de sinterização se torne eficiente. A compactação é feita com aplicação de pressão, ela pode ser uniaxial, isostática ou a quente. Na compressão uniaxial (Figura 2 (a)), o pó é compactado em uma matriz metálica aplicando-se uma pressão em uma única direção, já na compressão isostática (Figura 2 (b)) a pressão é aplicada em todas as direções de um involucro de borracha através de um fluido. Ao aumentar a pressão a densidade da massa de pó aumenta e a porosidade diminui. [3-12].

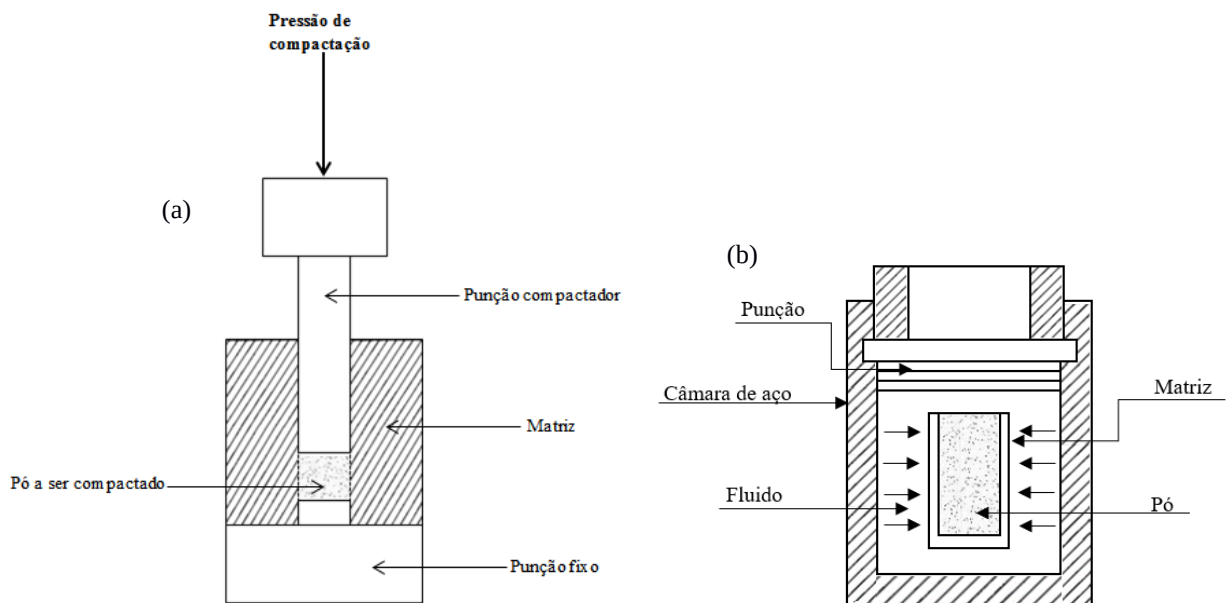


Figura 2. Esquema de compressão: (a) uniaxial e (b) isostática (Adaptado) [3]

Na etapa de sinterização, que é realizada abaixo da temperatura de fusão, ocorre a coalescência das partículas de pó, isso porque durante o cozimento a peça se contrai e apresenta uma redução em sua porosidade. Durante a sinterização ocorre a formação de pescoços ao longo das regiões entre as partículas adjacentes, em cada pescoço forma um contorno de grão e em cada interstício entre as partículas torna-se um poro. No decorrer da sinterização os poros vão ficando menores, como mostrado na Figura 3, mas esse processo de eliminação, muitas vezes, é incompleto e certa porosidade residual permanece. Essa porosidade residual terá influência negativa nas propriedades elásticas e sobre a resistência. [12]

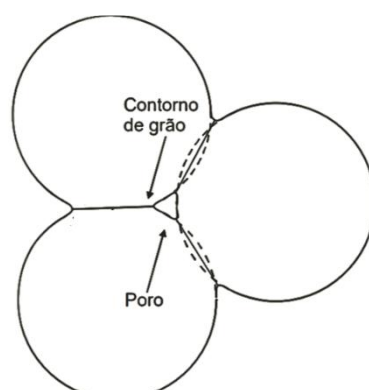


Figura 3. Coalescência das partículas e formação de poros conforme a sinterização tem início.(Adaptado)[12]

Os poros têm efeito negativo sobre a resistência a flexão, pois reduzem a área da seção transversal através da qual a carga é aplicada e atuam como concentradores de tensões e no módulo de elasticidade é inversamente proporcional a fração volumétrica da porosidade, ou seja, o módulo de elasticidade diminui em função da fração volumétrica da porosidade.

Metalografia é o processo de preparo, observação e registro fotográfico da microestrutura da amostra. A superfície da amostra é lixada e polida até apresentar um aspecto espelhado. Essa amostra é observada em um microscópio ótico, onde a luz emitida é refletida ou espalhada pela amostra, quando espalhada por pontos mais profundos essas regiões são mais escuras. [2]

2.2. Materiais e métodos

Para a realização deste trabalho foram utilizados alumina (Al_2O_3) em suspensão para metalografia N°3 de 0,3 μm fornecida pela empresa SKILL-TEC e pentóxido de nióbio (Nb_2O_5) fornecido pela Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM) com granulometria D_{50} 40 μm .

Inicialmente a alumina em suspensão passou por um processo de evaporação em condições ambiente, temperatura de 24°C, durante duas semanas e depois levada para a estufa a 120°C por 2h para secar. Logo após o processo de secagem, a alumina passou pelo processo de maceramento para que as partículas ficassem com o tamanho de aproximadamente 0,3 μm .

Após a obtenção dos pós, foi realizado o processo de pesagem em uma balança analítica modelo FA2204B, da marca BIOSCALE®, com sensibilidade de 0,0001g e capacidade máxima de 220 g para fazer cinco tipos de amostras com variação na composição, como mostrado na Tabela 2.

Tabela 2. Massas obtidas para a confecção das amostras (Autoria própria)

Composição %	Massa (g)	
	Alumina (Al_2O_3)	Pentóxido de nióbio (Nb_2O_3)
0% de Alumina	0,0000	10,0008
25% de Alumina	5,0007	5,0008
50% de Alumina	7,5009	2,5002
75% de Alumina	2,5007	7,5009
100% de Alumina	10,0007	0,0000

Depois da realização da pesagem, os pós de alumina e nióbia foram misturados a mão em um tubo de centrifuga com fundo cônico feito de plástico limpo até ficar homogêneo.

Para a compactação foi utilizada uma prensa hidráulica manual da marca BONEVAU®, com capacidade de até 10 toneladas, onde as amostras foram confeccionadas através da compactação uniaxial nas cargas de 2, 4 e 6 toneladas (250 MPa, 500 MPa e 750 MPa, respectivamente), numa matriz de aço temperado cujo diâmetro interno mede 10,0 mm. Antes de fazer a prensagem a matriz passou por um processo de limpeza, onde utilizou-se álcool etílico para retirar as possíveis impurezas que pudesse estar impregnada na matriz. Em seguida, o estearato de zinco diluído em álcool foi colocado em toda a matriz como lubrificante, para depois acrescentar o pó e prensá-lo. No procedimento de prensagem foi dado um tempo de relaxação de 10s a cada meia tonelada, sendo que ao atingir a pressão máxima, cada corpo foi deixado por, pelo menos, 15s antes da retirada da carga.

As amostras compactadas foram sinterizadas à temperatura de 1000 °C num forno tipo mufla e para que não ficassem soltas foi utilizado um tijolo refratário como bandeja. O tempo de sinterização foi de duas horas e os corpos sinterizados foram resfriados no próprio forno por um período de 24h até a temperatura ambiente.

Logo após o processo de sinterização, as amostras foram embutidas com resina para facilitar o manuseio do

preparo da caracterização, onde foram lixadas a mão a fim de um melhor acabamento superficial e depois polidas. Para a preparação das amostras da metalografia foram utilizadas as lixas 180, 220, 320, 400, 600, 800 e 1000 e o polimento foi realizado com pasta diamantada.

Para a realização da metalografia foi utilizado um microscópio óptico Olympus®, GX51. Com uma ampliação de 50 vezes.

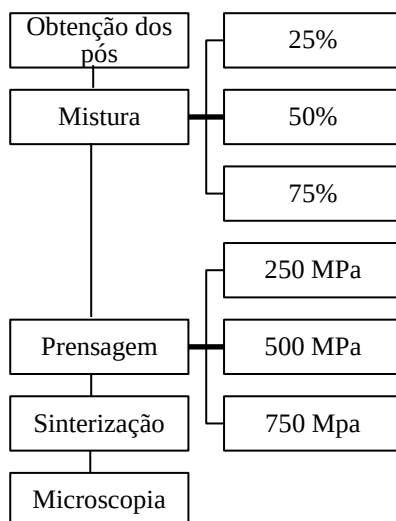


Figura 4. Fluxograma do processo de obtenção dos corpos de prova. (Autoria própria)

2.3. Resultados e Discussões

Na Figura 5 temos as imagens da alumina pura mostrando que na pressão de 250 MPa (Figura 5 (a)) os poros se demonstraram mais profundos (regiões mais escuras) mas em poucas quantidades, na pressão de 500 MPa apareceram mais poros mas, com menos profundidade e diâmetros menores, e 750 MPa percebe-se que a quantidade de poros é muito pequena, mostrando que o aumento das pressões interfere na densificação do compactado.

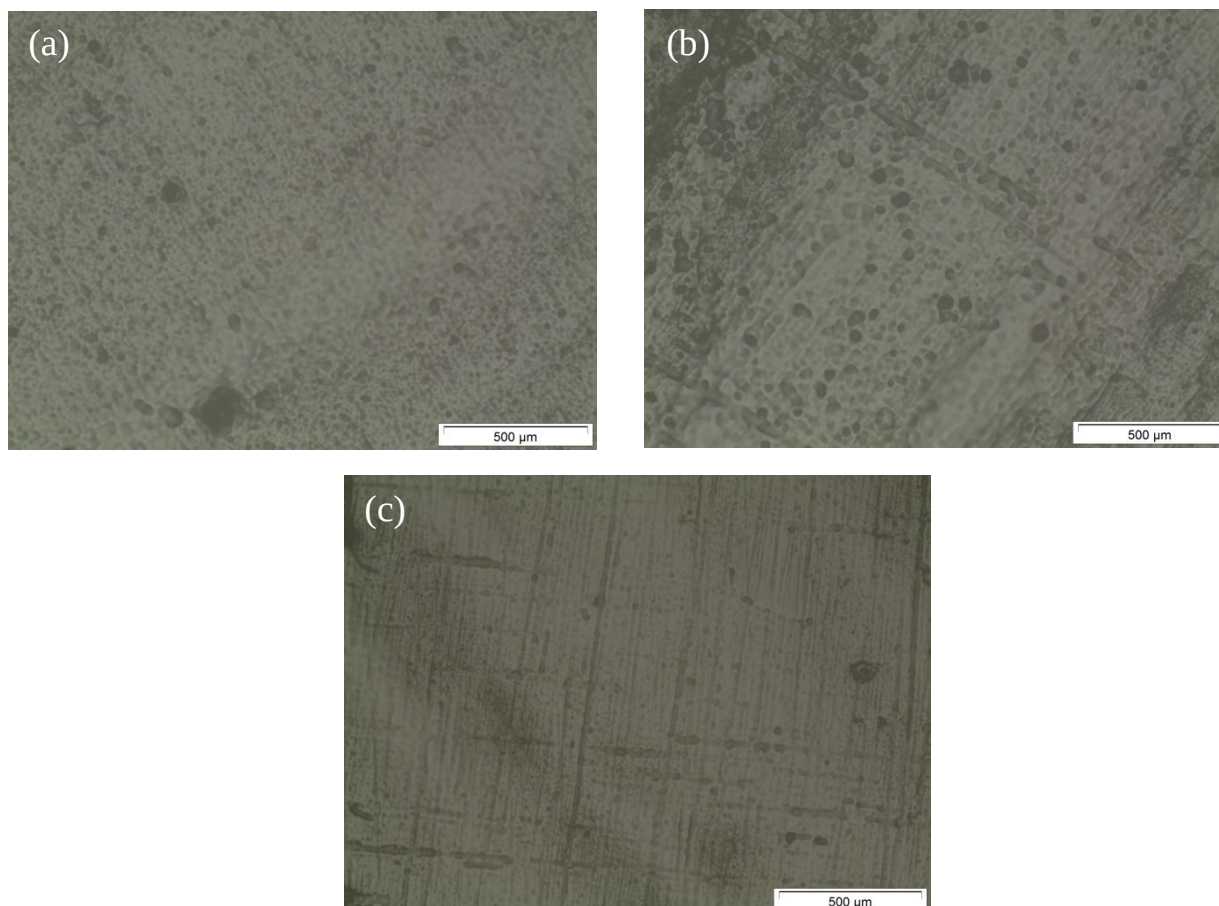


Figura 5. Microscopia da Alumina pura nas pressões (a) 250 MPa, (b) 500 MPa e (c) 750 MPa. Amp. 50X.

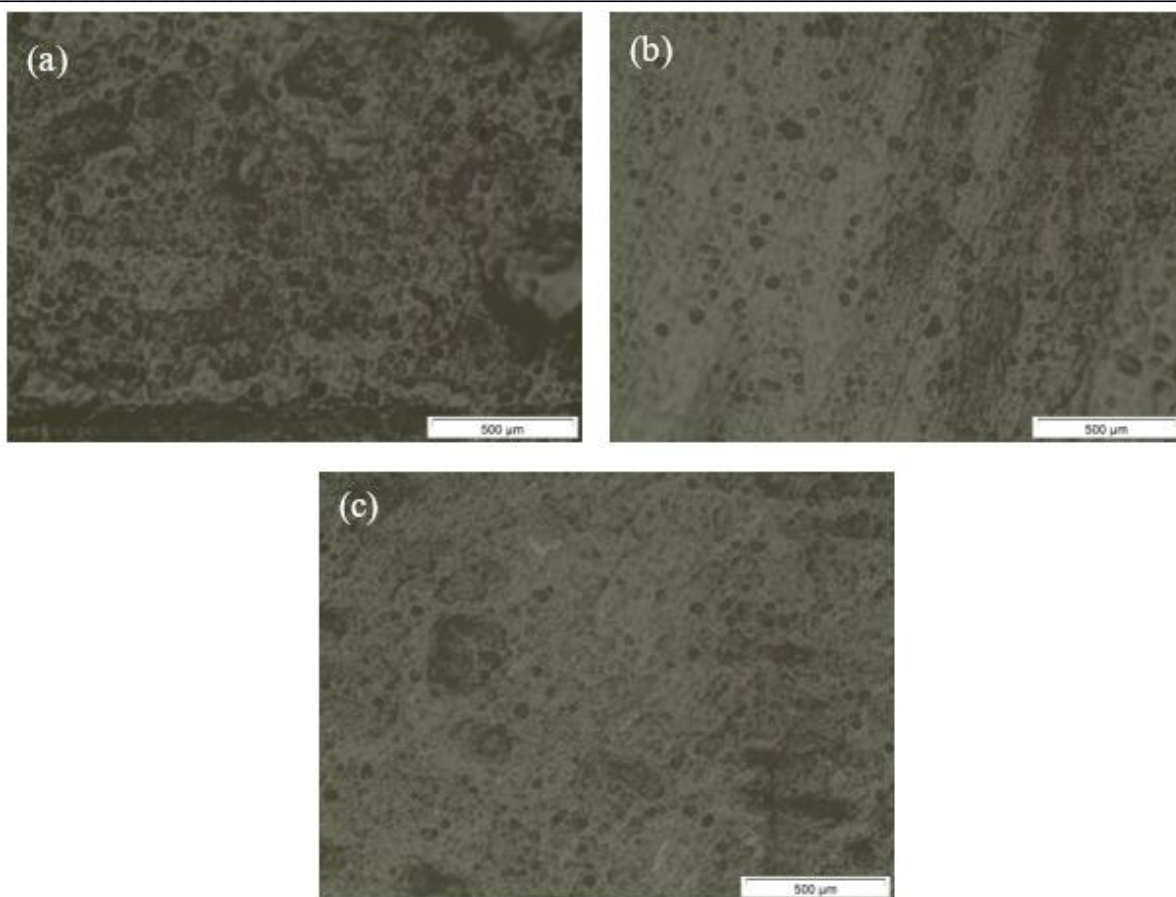


Figura 6. Microscopia do pentóxido de nióbio puro nas pressões (a) 250 MPa, (b) 500 MPa e (c) 750 Mpa. 50X.

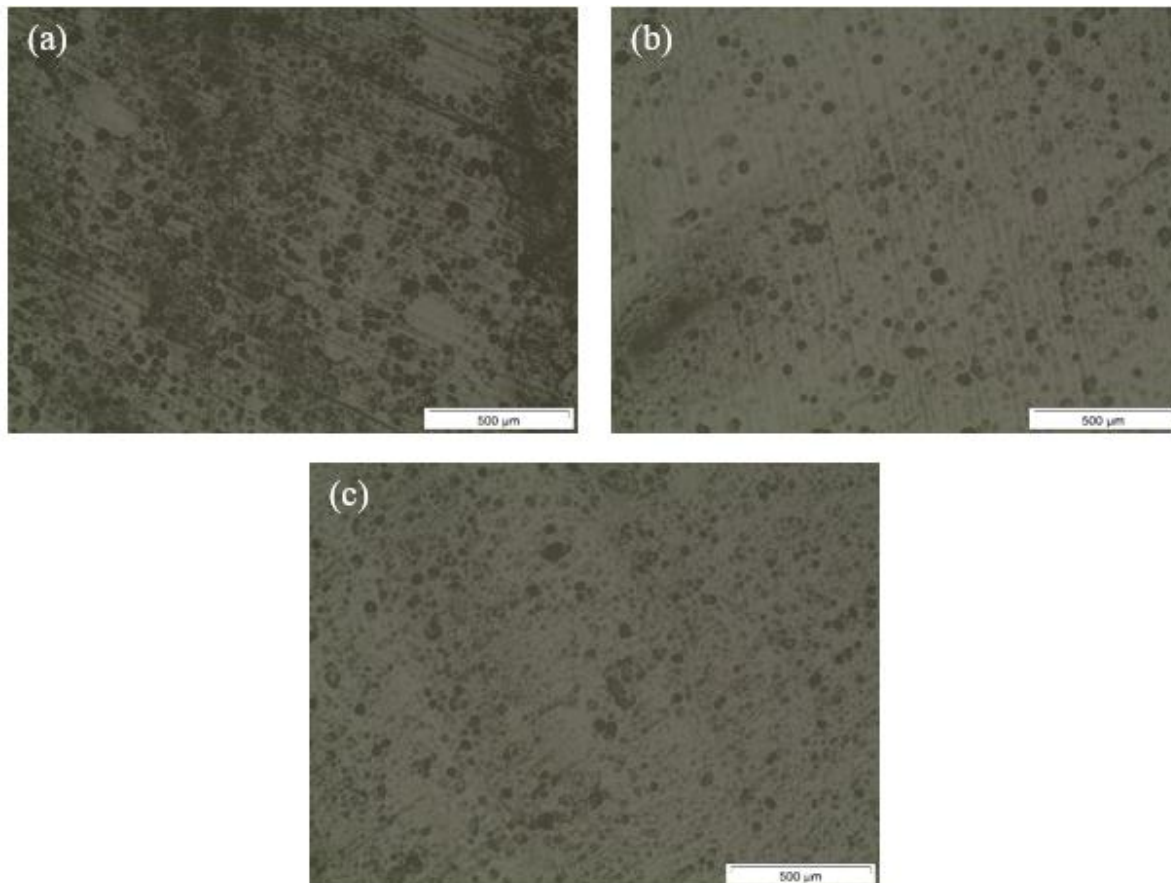


Figura 7. Microscopia 25% de Alumina pura nas pressões (a) 250 MPa, (b) 500 MPa e (c) 750 Mpa. Amp.50X

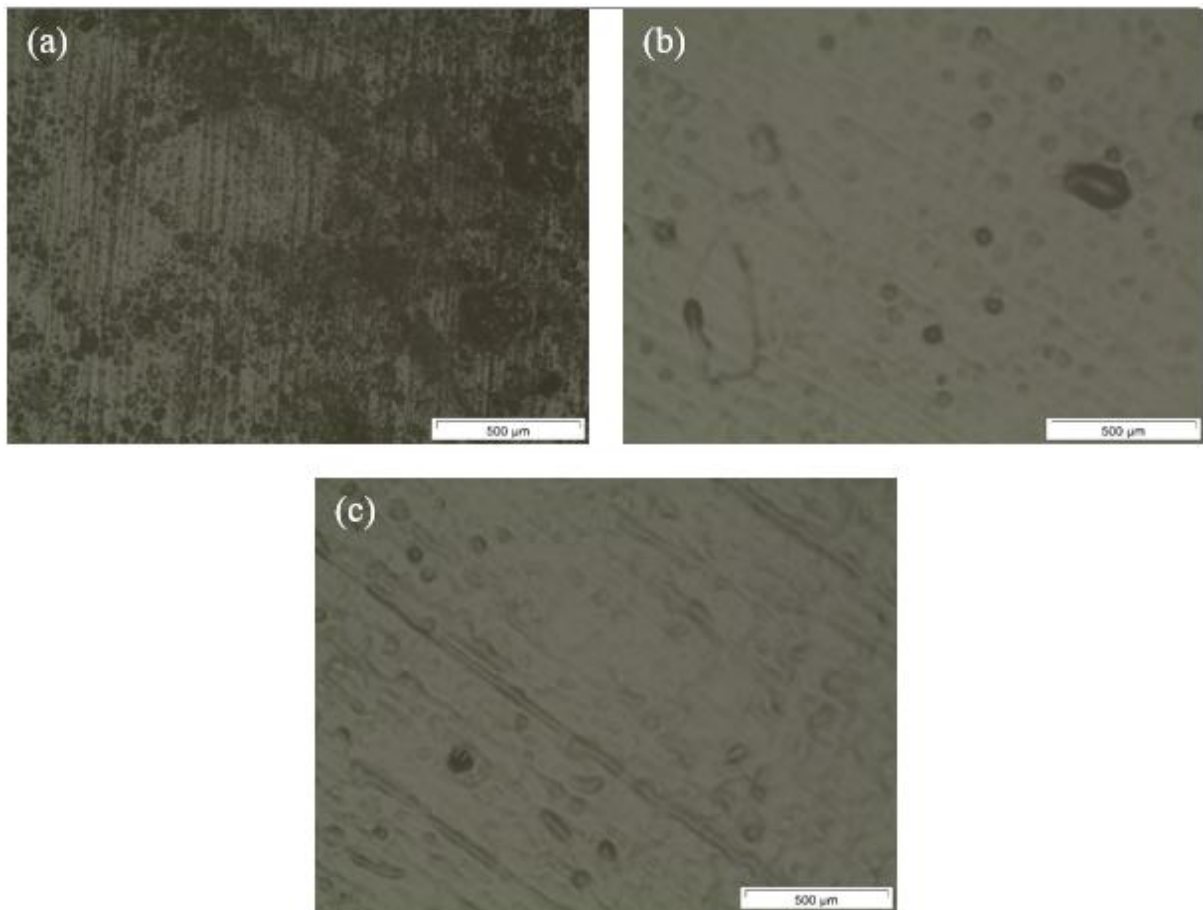


Figura 8. Microscopia 50% de Alumina pura nas pressões (a) 250 MPa, (b) 500 MPa e (c) 750 Mpa. Ampliação de 50X.

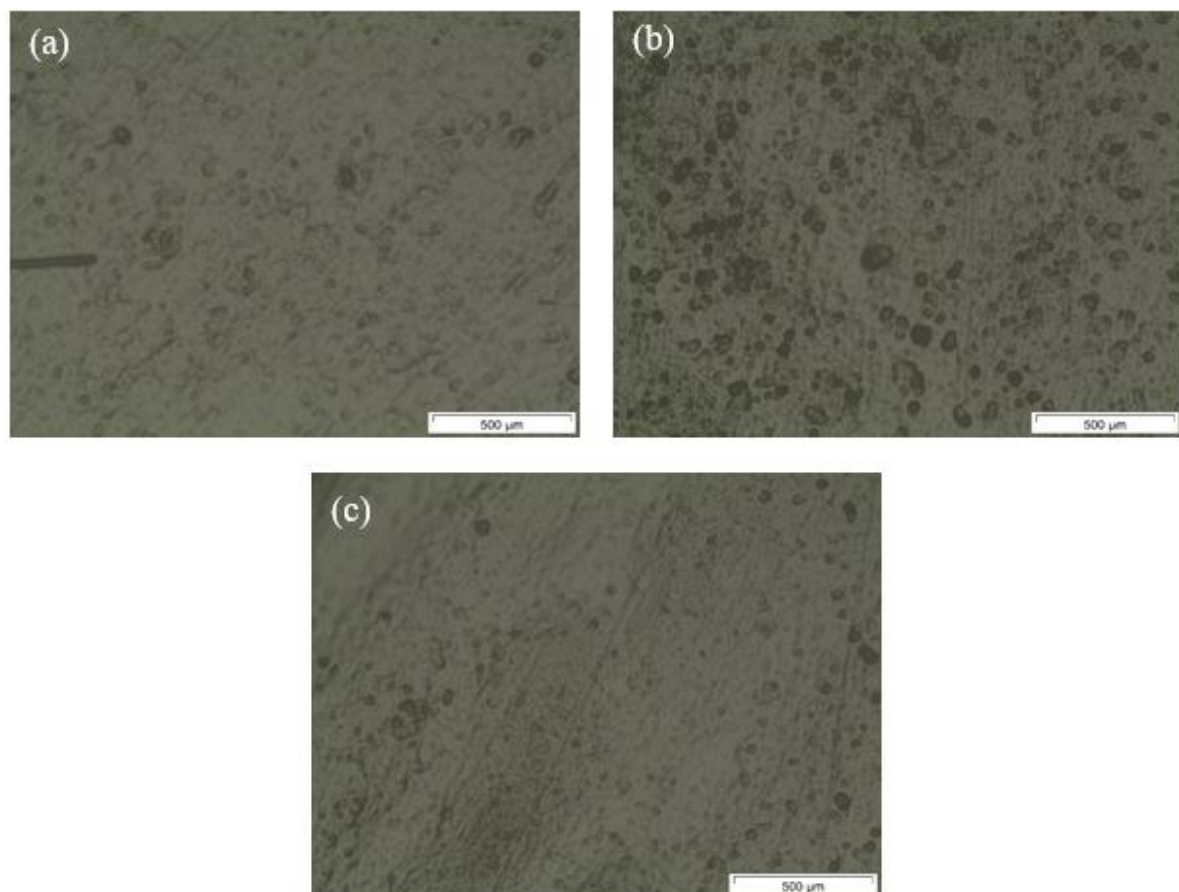


Figura 9. Microscopia 75% de Alumina pura nas pressões (a) 250 MPa, (b) 500 MPa e (c) 750 Mpa. Amp. 50X

Na Figura 6, o pentóxido de nióbio na pressão de 250 MPa (a) apresentou uma grande quantidade de poros se comparado com as outras pressões. A pressão de 750 MPa apresentou uma menor quantidade de poros e com profundidades e diâmetro menores.

A composição de 25% de alumina em peso com a pressão de 250 MPa tem uma maior quantidade de poros e com profundidades maiores como visto na Figura 7 (a), a de 500 MPa houve uma redução na quantidade e na profundidade dos poros e na 750MPa essa redução foi mais significativa se comparada com a amostra que recebeu a pressão de 250 MPa.

Na Figura 8 tem-se as amostras com 50% de alumina onde na Figura 8 (a) foi aplicada uma tensão de 250 MPa que apresentou uma maior quantidade de poros se comparadas com as outras amostras de mesma composição.

Na Figura 9 contém as amostras com 75% de alumina. A amostra onde foi aplicada a pressão de 500 MPa, foi a que se obteve mais poros.

Ao se comparar todas as amostras percebe-se que as que foram aplicadas a pressão de 750 MPa foram as que obtiveram uma menor quantidade de poros e as que foram aplicadas a pressão de 250 MPa obtiveram a quantidade poros, diâmetro e profundidade maiores.

3. CONCLUSÕES

Foi possível observar que, de acordo com a literatura, em maiores pressões aplicadas há uma maior densificação e uma menor porosidade, o que pode vai interferir diretamente nas propriedades da alumina. O efeito do nióbio não se mostrou tão significativo no coalescimento dos grãos de alumina em relação a temperatura utilizada, já que as que tiveram melhor densificação foram as que tiveram maiores quantidades de alumina na composição.

Para trabalhos futuros pode-se estudar o efeito dessas composições diferenciando as temperaturas de sinterização para se observar um efeito mais significativo do pentóxido de nióbio. Fazer testes de dureza ou condutividade térmica e estudar se a nióbia tem efeito nas suas propriedades termomecânicas. E a influência da porosidade sobre tais propriedades.

4. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] VAN VLACK, L.II. Propriedades dos Materiais Cerâmicos. Ed. Ed. Blichcr It.da- USP, São Paulo, 1973.
- [2] ASKELAND, Donald R. Ciência e Engenharia dos Materiais. 1ª ed. – São Paulo: Cengage Learning, 2013
- [3] CHAVERINI, Vicente. Metalurgia do pó: técnica e produtos. 4ª ed. – São Paulo: Associação Brasileira de Metalurgia e Materiais, 2001
- [4] ACCHAR, W. Produção de Alumina Sinterizada com Adições de Nióbia. 1985. 143 f. Dissertação (Mestrado em Ciência dos Materiais) – Instituto Militar de Engenharia, Exército Brasileiro, Ministério da Defesa, Rio de Janeiro.
- [5] MELO, F. C. L. Conjugados cerâmicos obtidos a partir da sinterização reativa entre zirconita e alumina. 1989. 82 f. Dissertação (Mestrado em Engenharia de Materiais) - Universidade Federal de São Carlos – UFSCar, São Carlos, 1989
- [6] RICHESON, D.W. Modern Ceramic Engineering. New York: Marcel Dekker Inc. 1992.
- [7] COELHO, A.C.V.. Avaliação Crítica de Pesquisas Realizadas no Laboratório de Matérias Primas Particuladas e Sólidos Não-Metálicos (Impsol) Sobre Hidróxidos e Óxidos de Alumínio, São Paulo, 2008, 369p. Tese (Livro Docente). Universidade de São Paulo.
- [8] CAHN, R.W., HAASEN, P., KRAMER, E.J. in Materials Science and Technology. Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- [9] DIAS, M. C. F.. Sinterização, microestrutura e condutividade elétrica da céria-gadolínia com adições de SrO, TiO₂ e SrTiO₃. 2013. 69 f. Dissertação (Mestrado) - Curso de Ciências na Área de Tecnologia Nuclear - Materiais, Ipen, São Paulo, 2013.
- [10] HSU, YUNG-FU, et al. 2008. Effect of niobium doping on the densification and grain growth in alumina. Ceramics International. 2008, Vol. 34, pp. 1183-1187.
- [11] ASSIS, J M K. 2007. Estudo comparativo de compósitos alumina-zircônia tetragonal e de cerâmicas de alumina aditivadas com nióbia para aplicações estruturais - Tese de Mestrado - INPE. São José dos Campos: s.n., 2007.
- [12] CALLISTER, W. D. Jr. Ciência e Engenharia dos materiais: Uma introdução. 8 ed. Tradução Sérgio Murilo Stamile Soares, M. Sc.; Revisão Técnica José Roberto Moraes d'Almeida, D. Sc.-[Reimpr.]-Rio de Janeiro:LTC,2013.



MINISTÉRIO DA EDUCAÇÃO
Universidade Federal Rural do Semi-Árido – UFERSA
Centro de Ciências Exatas e Naturais – CCEN

ATA DE DEFESA DE TRABALHO DE CONCLUSÃO DE CURSO

Às 11:00 horas do dia quatorze de agosto de dois mil e dezenove, na sala 24 do Centro de Engenharias, Campus Leste, da UFERSA – Universidade Federal Rural do Semi-Árido, reuniu-se a Banca Examinadora de defesa de trabalho de conclusão de curso de autoria da aluna **ERBENIA TACIANE FERNANDES DA FONSECA**, aluna do curso de Bacharelado em Ciência e Tecnologia desta universidade, N° de matrícula **2013020792**, com o título **“OBTENÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DO COMPOSTO Al_2O_3 E Nb_2O_5 VIA METALURGIA DO PÓ”**. A Banca Examinadora ficou assim constituída por três membros: Prof. Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior, presidente da banca e orientador do Trabalho de Conclusão de Curso; Prof. Filipe Lima dos Santos e Prof. Prince Azsembergh Nogueira de Carvalho, como membros. Concluída a defesa, procedeu-se o julgamento pelos membros da banca examinadora, tendo o aluno obtido as seguintes notas: **10,0; 10,0; 10,0**. Apuradas as notas verificou-se que o aluno foi aprovado com média geral **10,0**. E para constar, eu, Manoel Quirino da Silva Júnior, lavrei a presente ata que, após lida e aprovada pelos membros da banca examinadora, será assinada por todos.

Mossoró, 14 de agosto de 2019.

Assinatura dos membros da Banca Examinadora.

Prof. Dr. Manoel Quirino da Silva Júnior – UFERSA
Presidente e orientador

Prof. Filipe Lima dos Santos – UFERSA
Membro

Prof. Prince Azsembergh Nogueira de Carvalho. – UFERSA
Membro