

X Encontro Técnico de Materiais e Química
Rio de Janeiro - 27 a 29 novembro 2019

SINTERIZAÇÃO DE SISTEMAS CERÂMICOS DE ALUMINA COM TRATAMENTO TÉRMICO DE SEUS ADITIVOS

Pedro Henrique Poubel Mendonça da Silveira¹, Júlio César Soares de Oliveira¹, Alaelson Vieira Gomes¹

¹Instituto Militar de Engenharia
pedroo.poubel@hotmail.com

Resumo: A etapa de sinterização é uma das mais importante para a obtenção de materiais cerâmicos, devido a suas altas temperaturas de fusão. Os aditivos de sinterização são utilizados nesses materiais com o intuito de se obter uma redução na temperatura da sinterização sem perder as propriedades e para melhorar a densificação. Neste trabalho foi realizado um tratamento térmico na mistura contendo nióbia e fluoreto de lítio, em seguida inserido na alumina para a obtenção do composto $Al_2O_3 - 4\% Nb_2O_5 - 0,5\% LiF$, no qual foi sinterizado a um patamar de temperatura de $1400^{\circ}C$. As amostras com a mistura de $Nb_2O_5 - LiF$ sem tratamento térmico obtiveram uma densificação média de 92,25%, já as amostras com tratamento térmico de $630^{\circ}C$ obtiveram densificação média de 91,61% e as com tratamento térmico de $730^{\circ}C$ obtiveram densificação média de 92,43%.

Palavras-chave: Processamento Cerâmico; Sinterização; Densificação.

Abstract: The sintering step is one of the most important for obtaining ceramic materials due to its high melting temperatures. Sintering additives are used in these materials to achieve a reduction in sintering temperature without losing properties and to improve densification. In this work a heat treatment was performed in the mixture containing niobium and lithium fluoride, then inserted in the alumina to obtain the compound $Al_2O_3 - 4\% Nb_2O_5 - 0.5\% LiF$, which was sintered to a temperature of $1400^{\circ}C$. The samples with $Nb_2O_5 - LiF$ mixture without heat treatment had an average densification of 92.25%, while samples with heat treatment on $630^{\circ}C$ had average densification of 91.61% and those with heat treatment on $730^{\circ}C$. average densification of 92.43%.

Keywords: Ceramic Processing; Sintering; Densification.

1. Introdução

Materiais cerâmicos são bastante visados em sistemas de coletes balísticos de multicamadas devido à sua baixa densidade e alta dureza. As cerâmicas mais empregadas nesses sistemas são: a alumina, carbeto de boro e carbeto de silício [1]. Estes podem ser aplicados tanto em blindagens de veículos, aeronaves, pessoal ou em outra categoria aonde a blindagem e a mobilidade são importantes. Uma propriedade inerente à blindagem cerâmica é sua fratura frágil, no qual ocorre em razão da alta carga de tensão devido ao impacto do projétil, onde o material, tamanho e formato do projétil irão influenciar no desempenho da blindagem. No momento do impacto, trincas são formadas no material cerâmico percorrendo assim toda a placa cerâmica [2-3]. Quando a ponta perfurante do projétil em forma cônica impactar a placa cerâmica, a cerâmica irá fraturar e a ponta do perfurador irá amassar perdendo assim seu poder de penetração [4-5].

X Encontro Técnico de Materiais e Química Rio de Janeiro - 27 a 29 novembro 2019

O óxido de alumínio (Al_2O_3) é frágil devido a sua baixa tenacidade e baixa energia de fratura. A introdução de uma segunda fase combinada com a sinterização de aditivos introduz uma série de transformações de fases, aumentando significativamente sua resistência à fratura e dureza [6].

Estudos mostram que a adição de óxido de nióbio (Nb_2O_5) na alumina (Al_2O_3) reduz a temperatura de sinterização e aumenta a densificação do material sem a perda de propriedades essenciais como dureza. Sendo assim, o objetivo deste trabalho é de mostrar a sinterização de corpos cerâmicos à base de alumina, dopados com 4% em peso de nióbia e 0,5% em peso de fluoreto de lítio, onde esses elementos dopantes são misturados e aquecidos antes da inserção destes na alumina.

2. Materiais e Métodos

A alumina utilizada foi adquirida pela empresa Treibacher Schleifmittel, possuindo um grão de partícula de $3\mu m$. A nióbia foi adquirida na CBMM Brasil e o fluoreto de lítio que foi utilizado como segundo aditivo de sinterização foi adquirido pelo fabricante VETEC. Para dar resistência ao corpo verde, foi utilizado o polietilenoglicol, um ligante orgânico da fabricante VETEC.

Antes do processamento cerâmico completo, foram separados 8 partes de nióbia para 1 parte de fluoreto de lítio, de modo que após os tratamentos térmicos, fossem colocados de modo a somar 4,5% em peso na alumina (4% de nióbia e 0,5% de fluoreto de lítio). Esses dois pós foram misturados e cominuído em um moinho de bolas durante 2 horas imerso em álcool, seguido de secagem em um período de 2h em temperatura de $80^{\circ}C$. Após a secagem esses pós foram desaglomerados por maceração e foram para tratamento térmico em patamares de temperatura de $630^{\circ}C$ e $730^{\circ}C$.

Após o tratamento térmico, a mistura de nióbia e fluoreto de lítio foi inserida na quantidade de 4,5g em 100g de alumina e 1,5% em peso de PEG 400, aquecidos na estufa a $70^{\circ}C$ para melhorar a solubilização. Em seguida, foi iniciado o processo de moagem e cominuição, imerso em álcool, diferente do anterior, este durou um período de 12h, seguido da secagem em estufa a $80^{\circ}C$ por 8h.

Logo após os pós foram desaglomerados em uma peneira de abertura 0,255mm, com um auxílio de um agitador de peneiras. Conseguinte ao peneiramento, os pós sofreram prensagem uniaxial a frio, formando dessa maneira, corpos a verde com diâmetro de 20mm e peso aproximado de 5g, foi utilizado uma carga de 15MPa durante a prensagem. Por último, foi realizada a sinterização, que ocorreu com a seguinte rota de aquecimento:

- 1) Aquecimento de $25^{\circ}C$ a $158^{\circ}C$ à razão de $1^{\circ}C/min$;
- 2) Patamar de aquecimento de $158^{\circ}C$ durante 1 h;
- 3) Aquecimento de $158^{\circ}C$ a $375^{\circ}C$ à razão de $1^{\circ}C/min$;
- 4) Aquecimento de $375^{\circ}C$ a $1000^{\circ}C$ à razão de $5^{\circ}C/min$;
- 5) Aquecimento a partir de $1000^{\circ}C$ até à temperatura final de sinterização ($1400^{\circ}C$) à razão de $3^{\circ}C/min$;
- 6) Patamar de sinterização à temperatura de sinterização final ($1400^{\circ}C$) durante 1h;
- 7) Desligamento automático do forno e resfriamento pela inércia do mesmo até a temperatura ambiente;

3. Resultados e Discussão

Antes da sinterização, as amostras tiveram sua espessura e diâmetro verificadas, e foram pesadas, com o intuito de se determinar a densidade a verde. Com isso foi verificado os seguintes resultados apresentados abaixo na Tabela 1:

X Encontro Técnico de Materiais e Química

Rio de Janeiro - 27 a 29 novembro 2019

Tabela 1 - Valores de densidade à verde das amostras.

GRUPO	0 (sem tratamento térmico de aditivos)	1 (aditivos tratados à 630°C)	2 (aditivos tratados à 730°C)
Densidade a verde (g/cm ³)	2,286±0,011	2,240±0,035	2,247±0,031
Densificação a verde (%)	57,18±2,61	56,03±0,89	56,21±0,77

Todas as amostras à verde obtiveram valores de densificação acima de 55%, dessa maneira a partir de outros trabalhos [7] quanto maior a densificação a verde do material cerâmico, maior a densificação final após a sinterização. Segue abaixo na tabela 2 os valores de densificação das amostras sinterizadas.

Tabela 2 – Valores de porosidade e densificação das amostras sinterizadas.

GRUPO	DENSIDADE	DENSIFICAÇÃO
0 (sem tratamento térmico de aditivos)	3,688±0,016	92,25±0,41
1 (aditivos tratados à 630°C)	3,662±0,021	91,61±0,54
2 (aditivos tratados à 730°C)	3,695±0,062	92,43±1,56

As diferentes temperaturas do tratamento térmico dos pós tiveram influência no resultado final e no comportamento do material. As condições de processamento foram as mesmas para todas as amostras. Na medida em que a temperatura de tratamento aumenta, a densificação irá aumentar.

A análise através das imagens geradas no MEV permite observar a morfologia dos grãos das amostras fraturadas. Abaixo segue as imagens geradas pelo microscópio:

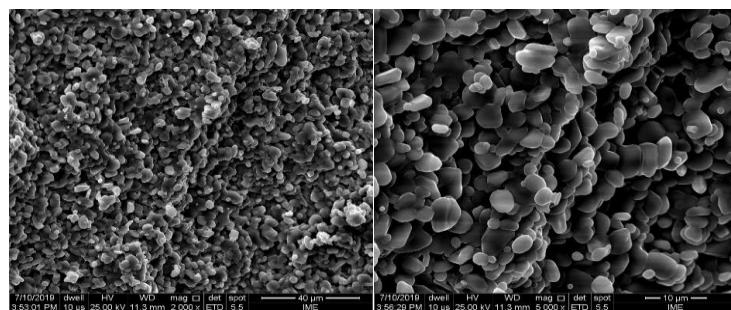
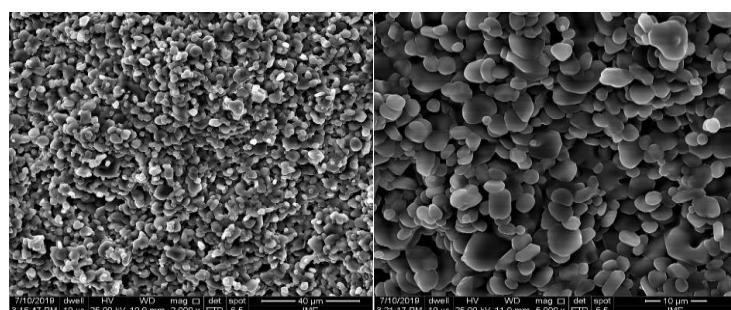


Figura 1 – Microscopia de amostra do grupo 0 (a esquerda: ampliação de 2000x; a direita: ampliação de 5000x)

nas imagens apresentadas, é possível notar que ocorre o empescoçamento dos grãos em todas as amostras, e a baixa formação de poros indica que a sinterização chegou ao seu estágio final mesmo com pouco tempo de sinterização (1h). Os aditivos se concentraram principalmente nos contornos de grão, onde por meio da fase líquida houve uma aceleração na sinterização, e consequentemente a formação de materiais com alta densificação.



X Encontro Técnico de Materiais e Química Rio de Janeiro - 27 a 29 novembro 2019

Figura 2 – Microscopia de amostra do grupo 1 (a esquerda: ampliação de 2000x; a direita: ampliação de 5000x)

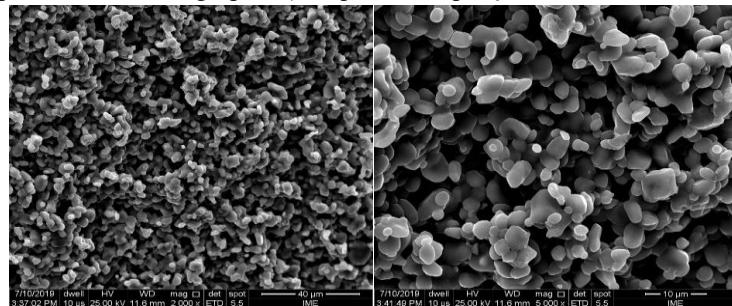


Figura 3 – Microscopia de amostra do grupo 2 (a esquerda: ampliação de 2000x; a direita: ampliação de 5000x)

4. Considerações Finais

Como mostrado no trabalho, a adição de aditivos como o Nb_2O_5 e LiF permitiu que houvesse uma boa densificação do cerâmico, por conta da fase líquida que se forma nesses aditivos. A temperatura do pré-tratamento térmico destes aditivos teve uma relação com os resultados de densificação das amostras à verde e da densificação das amostras sinterizadas, onde é possível observar que o grupo 1 (amostras com pré-tratamento em 630°C) tiveram uma menor densificação à verde, o que acarretou em uma menor densificação no corpo cerâmico sinterizado.

5. Referências

- [1] Rahbek DB, Simons JW, Johnsen BB, Kobayashi T, Shockley DA. Effect of composite covering on ballistic fracture damage development in ceramic plates. *Int J Adhes Adhes* 2017; 99:58–68.
- [2] Hazell PJ. Ceramic armour: design and defeat mechanisms. Canberra, Australia: Argos Press; 2006.
- [3] Washington, D.C., USA: The National Academies Press; 2011.
- [4] Shockley DA, Marchand AH, Skaggs SR, Cort GE, Burkett MW, Parker R. Failure phenomenology of confined ceramic targets and impacting rods. *Int J Impact Eng* 1990;9(3):263–75
- [5] Wilkins ML, Cline CF, Honodel CA. Fourth progress report of light armor program. Livermore, California, USA: Lawrence Radiation Laboratory, University of California; Feb. 1969. UCRL-50694.
- [6] Zang W, Guo F, Liu J, Du H, Hou F, et al. Lightweight alumina based fibrous ceramics with different high temperature binder. *Ceram Intern* 2016; 42:10310–6.
- [7] ARAÚJO, Micheline dos Reis et al. Processing and properties of tape-cast alumina/zirconia laminates composites. *Journal Of The European Ceramic Society*, [s.l.], v. 39, n. 12, p.3462-3465, set. 2019. Elsevier BV. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2019.03.034>.
- [8] Santos JL, Marc,al RLSB, Jesus PRR, Gomes AV, Lima EP Jr, Monteiro SN, de Campos JB, Louro LHL. Effect of LiF as sintering agent on the densification and phase formation in Al_2O_3 –4wt% Nb_2O_5 ceramic compound. *Metall Mater Trans A* 2018;48(10):4432–40.