SINTERIZAÇÃO EM ETAPAS DE CERÂMICAS DE ALUMINA

Jéssica Caroline Camargo (PIBIC/UEPG), Christiane Lago Ojaimi, Adriana Scoton Antonio Chinelatto, e-mail: adrianachinelatto@gmail.com.

Universidade Estadual de Ponta Grossa/ Departamento de Engenharia de Materiais

Engenharias, Engenharia de Materiais e Metalúrgica, Materiais não-Metálicos

Palavras-chave: tamanho de grão, sinterização, densificação.

Resumo

Cerâmicas são tipicamente produzidas pelo aquecimento de um pó compactado a uma temperatura abaixo do ponto de fusão das partículas. Na sinterização convencional, geralmente não é possível preparar cerâmicas densas com pequeno tamanho de grão. Para controlar a microestrutura, as curvas de queima podem ser modificadas, por meio da introdução de etapas no processo de sinterização. O objetivo desse projeto foi estudar a sinterização em etapas de cerâmicas de alumina. Para isso pós de alumina foram conformados e sinterizados com diferentes curvas de sinterização em duas e três etapas. As temperaturas das etapas de sinterização foram definidas a partir de uma análise dilatométrica. Os resultados mostraram que a introdução de etapas no processo de sinterização foi eficiente para controlar o crescimento de grão nas cerâmicas de alumina,

Introdução

Materiais cerâmicos são tipicamente produzidos por meio do aquecimento de um pó compactado a uma temperatura abaixo do ponto de fusão das partículas (1). Na sinterização convencional, geralmente não é possível preparar cerâmicas densas com pequeno tamanho de grão, pois no estágio final de sinterização, tanto a densificação quanto o crescimento de grãos ocorrem pelos mesmos mecanismos de difusão (2). Para controlar a microestrutura, as curvas de queima na sinterização convencional podem ser modificadas, por meio da utilização da sinterização em etapas (3-5).

Essa sinterização consiste em adicionar etapas na curva de queima, a fim de favorecer mecanismos de sinterização que promovam a densificação e retardem ou mesmo inibam o crescimento de grãos. De Jongue e colaboradores (6,7) propuseram um tratamento térmico a baixa temperatura, como primeira etapa, seguido de uma sinterização isotérmica convencional, obtendo assim uma microestrutura mais homogênea e refinada. A sinterização em etapas proposta por Chen e Wang (8), consistiu em submeter o material a um pico de temperatura a uma temperatura alta, seguida do resfriamento a uma temperatura mais baixa de sinterização, com isso a difusão por contorno de grão é mantida, mas a mobilidade do contorno de grão é estabilizada, sendo suprimido o crescimento de grão na fase final da sinterização (9).

A sinterização em três etapas vem sendo estudada afim de combinar esses dois processos. Nesse caso, a curva de queima tem a primeira etapa à baixa temperatura no início da curva de sinterização, seguida de um pico de temperatura (segunda etapa) e o abaixamento para a temperatura de sinterização (terceira etapa) (10). Diante do exposto, o objetivo desse trabalho foi estudar a sinterização em três etapas de cerâmicas de alumina.

Materiais e Métodos

Preparou-se 50,0 gramas de pó de alumina AKP53 (Sumitomo, Japão). Para isso, a alumina foi desaglomerada em moinho de bolas por 10 horas, utilizando um jarro de nalgene, com álcool isopropílico, e esferas de zircônia, numa proporção de bola:material de 3:1. Foi adicionado também 2% em peso de PABA (4-ácido aminobenzoico), como defloculante e 0,5% em peso de ácido oleico, como lubrificante. A suspensão foi então secada com fluxo de ar quente, para não haver aglomeração e o pó foi desaglomerado em almofariz e passado em peneira com abertura de 200 mesh. Foram conformadas 30 amostras com aproximadamente 0,25 gramas, num molde de 6 mm. A conformação foi feita por prensagem uniaxial, seguida de prensagem isostática com 200 MPa.

As amostras conformadas foram pesadas e o diâmetro e altura das mesmas foram medidos, para calcular a densidade a verde. Para auxiliar na escolha das temperaturas dos patamares foi feito um estudo do comportamento térmico em um dilatômetro Setaram Instrumentation, modelo SETSYS Evolution. A análise foi feita até a temperatura de 1500ºC, com taxa de aquecimento de 10ºC/min.

Separou-se as amostras em grupos de 3 para a sinterização, e as condições de sinterização foram feitas como mostra a tabela 1.

Tabela 1. Condições de sinterização estudadas

Condição	T1 (ºC)	t1 (min)	T2 (ºC)	t2 (min)	T3 (ºC)	t3 (min)
A	--	--	1500	120	--	--
B	1050	120	1400	5	1350	120
C	1050	120	1450	5	1350	120
D	--	--	1450	5	1400	120

As amostras sinterizadas foram caracterizadas por medidas de densidade aparente; pela análise da sua microestrutura, feita utilizando um microscópio eletrônico de varredura (SHIMADZU, SS550) e por medidas de tamanho de grão, utilizando o *software* de análise de imagem I*mage J*.

Para as medidas de densidade aparente, as amostras foram imersas por 24 horas em água destilada, após este período foram feitas as medidas do peso imerso e do peso úmido. Em seguida, os corpos de prova foram secos em estufa e foi determinado o peso seco das amostras. Os valores da densidade aparente também foram apresentados em relação a porcentagem da densidade teórica

Para a análise da microestrutura, as amostras foram embutidas e lixadas em lixas com diferentes granulometrias. Após o lixamento as amostras foram polidas com pasta de diamante e atacadas termicamente, numa temperatura de 50oC abaixo da temperatura de sinterização por 15 minutos e com uma taxa de aquecimento de 15ºC/min

Resultados e Discussão

A curva de retração linear e taxa de densificação versus temperatura da alumina é apresentada na Figura 1. Observa-se que o processo de retração se inicia a aproximadamente 1150ºC e máxima taxa de retração é alcançada a 1380ºC. A partir desse resultado, a primeira etapa de sinterização escolhida foi a 1050ºC para assegurar que nessa temperatura só houvesse a eliminação das partículas mais finas por coalescimento. As temperaturas das outras etapas foram escolhidas de

maneira que estivessem próximas a máxima taxa de retração, para garantir uma alta taxa de densificação.

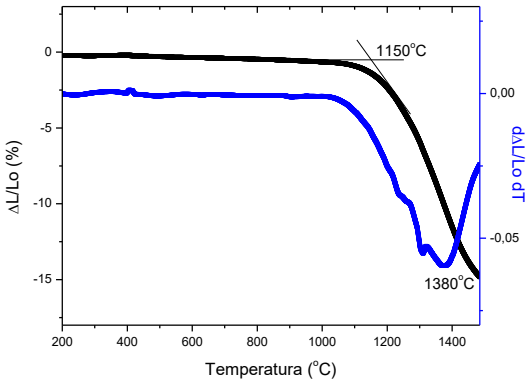


Figura 1. Retração linear e taxa de densificação versus temperatura da alumina.

A tabela 2 apresenta os resultados de densidade aparente, % da densidade teórica e tamanho de grão das amostras de alumina sinterizadas nas condições de sinterização estudadas.

Tabela 2 - Densidade aparente, % da densidade teórica e tamanho de grão das amostras de alumina sinterizadas.

sinterização	densidade aparente (g/cm^3)	% da densidade teórica	Tamanho de grão médio (nm)
condição A	3,57	89,8	1139 ± 550
condição B	3,32	83,5	309,17 ± 110
condição C	3,23	80,4	313,31 ± 125
condição D	3,22	80,2	369,69 ± 151

Quanto às medidas de densidade, observa-se que a maior densidade foi atingida na sinterização convencional (condição A), e que, entre as condições de sinterização em etapas, a condição B foi a que permitiu a maior densificação.

Quanto ao tamanho de grão, as amostras sinterizadas em etapas, apresentaram tamanho de grão bem menor que a sinterizada convercionalmente (condição A), mostrando que as etapas de sinterização foram eficientes em controlar o tamanho de grão. Quando se compara as amostras sinterizadas em etapas, verifica-se que não houve uma grande variação no tamanho de grão da alumina com as diferentes curvas de sinterização, porém a condição de sinterização D, em que a primeira etapa foi suprimida, o tamanho de grão foi maior e a densidade atingida foi menor. Isso indica que essa primeira etapa, em que ocorre um patamar a baixa temperatura, foi importante para controlar a microestrutura da alumina.

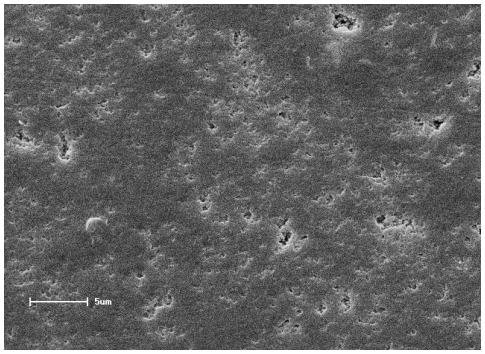


Figura 2. Micrografia da amostras sinterizada na condição D.

A figura 2 apresenta uma micrografia com baixo aumento da amostra sinterizada na condição D. Observa-se que a micrografia apresenta uma porosidade elevada, proveniente provavelmente do processo de conformação da amostra. Esse fato pode justificar a baixa densidade alcançada por essas amostras

Conclusões

A partir dos resultados apresentados pode-se concluir que a sinterização em etapas foi eficiente para controlar o crescimento de grão da alumina e que a sinterização de três etapas apresentou um refino de grão mais significativo, porém a homogeneidade da distribuição dos grãos ainda não foi satisfatória.

Agradecimentos

Ao PIBIC e a UEPG pela oportunidade de desenvolver esse projeto.

Referências

(1) CHIANG, Y.; BIRNIE III, D. P.; KINGERY, W. D. **Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering**. New York: John Wiley and Sons, 1997. 522p.

(2) MAZAHERI, M. ZAHEDI, A. M. HAGHIGHATZADEH, M. SADRNEZHAAD, S. K. Sintering of titania nanoceramic: densification and grain growth, **Ceramic International** v.35, p. 685-691, 2009.

(3) RAJ,R.; COLOGNA,M.; FRANCIS, J.S.C. Influence of externally imposed and internally generated electrical fields on grain growth, diffusional creep, sintering and related phenomena in ceramic. **Journal American Ceramic Society.** v.94, n.7, p. 1941-1965, 2011.

(4) RAICHENKO, A.I. THEORY AND TECHNOLOGY OF SINTERING, THERMAL AND THERMOCHEMICAL TREATMENT – Electric Current Activated Sintering of porous powder compacts. **Powder Metallurgy and Metal Ceramics.** v.54, p.525-533, 2016.

(5) MUNIR, Z. A.; ANSELMI-TAMBURINI, U. AND OHYANAGI, M. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method, **Journal Materials Science**, v. 41, p. 763-777, 2006.

(6) LIN, F. J. T.; DE JOUGHE, L. C.; RANAMAN, M. N. Initial coarsening and microstructural evolution of fast-fired and MgO-doped Al_2O_3. **Journal of the American Ceramic Society.** v. 80, n. 11, p. 2891-2896, 1997.

(7) LIN, F. J.; DE JONGHE, L. C.; RAHAMAN, M.N. Microstruture refinement of sintered alumina by a two-step sintering technique **Journal of the American Ceramic Society.** v. 80, p.2891-2896, 1997.

(8) CHEN, I. W.; WANG, X. H. Sintering dense nanocrystalline ceramics without final-stage grain growth. **Nature.** v. 404, p. 168-171, 2000.

(9) WANG, C. J.; HUANG, C. Y.; WU, Y. C. Two-step sintering of fine alumina-zirconia ceramics. **Ceramics International**. v. 35, n. 4, p. 1467-1472, 2009.

(10) WRIGHT, G.J.; YEOMANS, J. A. Three-step sintering of constrained yttria stabilized zirconia layers and its effect on microstructure and gas permeance. **Journal of the European Ceramic Society**. v. 29, p.1933-1938, 2009.