

SINTERIZAÇÃO NO SISTEMA Al_2O_3 - NbC *

Maximiliano Luis Munford**
Rosa Maria da Rocha Pasotti**
José Carlos Bressiani**
Ana Helena de Almeida Bressiani**

RESUMO

Visando a obtenção de materiais com alta resistência à abrasão para aplicação como ferramentas de corte foram feitos estudos de sinterabilidade no sistema Al_2O_3 - NbC. A concentração de carbetos adicionada foi de 5 a 40 % em massa e a temperatura de sinterização ficou entre 1600 e 1730 °C. A introdução do carbetos reduziu o crescimento dos grãos da matriz, mas para temperaturas até 1650 °C, a densificação do material foi prejudicada. A análise da microestrutura foi feita a partir de superfícies de fratura utilizando-se programa para análise de imagens.

Palavras-Chave : Sistema Al_2O_3 -NbC, Sinterização, Microestrutura.

INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos com alta resistência à abrasão podem ser divididos em dois grupos principais: à base de alumina (Al_2O_3) e à base de nitreto de silício (Si_3N_4). Em altas temperaturas esses materiais mantêm estabilidade química e resistência à abrasão. Eles suportam choques térmicos devido a relativamente alta condutividade térmica e baixos coeficientes de dilatação. Assim, esses materiais cerâmicos de alta resistência tornam-se interessantes para aplicação como ferramentas de corte^[1,2].

Com o intuito de otimizar as características mecânicas da alumina, carbetos de alta dureza são adicionados. Tem-se, por exemplo, ferramentas de corte de alumina

* Trabalho a ser apresentado no IV Seminário de Metalurgia do Pó, São Paulo, SP, 22 e 23 de novembro de 1995.

** Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN
Departamento de Engenharia de Materiais.

com adições de carbeta de titânio bem desenvolvidas e no mercado mundial há vários anos^[3,4,5,6,7]. O carbeta de nióbio possui características, como dureza e temperatura de fusão, semelhantes ao carbeta de titânio^[8], e como a maioria (72%) das jazidas mundiais de nióbio estão no território brasileiro^[9] resolveu-se estudá-lo como material a ser adicionado à alumina. O estudo da microestrutura é importante porque a resistência à abrasão do material está diretamente ligada a uniformidade da microestrutura, à densidade relativa e ao tamanho reduzido dos grãos da matriz^[10].

Neste trabalho são apresentados os primeiros resultados da análise de alguns parâmetros de sinterização de alumina com adições de carbeta de nióbio e microestrutura obtida.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

As matérias primas utilizadas foram : alumina (Al_2O_3) : A16-SG, Alcoa, diâmetro médio de partícula do pó 0,35 μm e superfície específica 14 m^2/g e carbeta de nióbio (NbC) da Hermann C. Starck Berlin, diâmetro médio de partícula do pó 3,85 μm (obtido por sedígrafo), e área específica 0,9 m^2/g (por BET).

As misturas de Al_2O_3 com adições de 0, 5, 20 e 40 % em massa de NbC foram homogeneizadas e prensadas uniaxialmente na forma de pastilhas. As densidades a verde foram determinadas a partir das medidas das dimensões e da massa de cada pastilha; os valores obtidos ficaram em torno de 60% da densidade teórica.

As pastilhas foram sinterizadas em forno tubular de grafite em fluxo de argônio, para evitar a oxidação do carbeta^[1]. Foram realizadas sinterizações nas temperaturas de 1600°C, 1650°C e 1730°C, por 1 hora. As densidades das amostras após sinterização foram determinadas pelo método hidrostático. As densidades teóricas das amostras foram calculadas em função da regra das misturas.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

As densidades das amostras após sinterização estão listadas na tabela 1.

Depois de sinterizadas, as pastilhas foram cortadas transversalmente e analisadas por difratometria de raios X (DR-X), para a identificação das fases presentes. Um difratograma típico é apresentado na figura 1, apenas as fases $\alpha-Al_2O_3$ e NbC foram detectadas em todas as amostras.

As amostras seccionadas foram embutidas e polidas com pastas de diamante de diversas granulometrias. Com o intuito de revelar o contorno dos grãos da matriz de alumina as amostras foram submetidas a ataque químico em ácido fluorídrico a temperatura ambiente por 60 minutos e depois em ácido sulfúrico a 230°C por 6 minutos. As amostras foram recobertas com ouro para observação em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Duas micrografias típicas da mesma mistura são apresentadas nas figuras 2 e 3.

Tabela 1 - Densidades obtidas após sinterização

Amostra	dens. teórica (g/cm ³)	DENSIDADE (% DT)		
		1600°C	1650°C	1730°C
Al ₂ O ₃	3,98	97,9	99,2	94,7
Al ₂ O ₃ -5%NbC	4,08	97,9	96,6	96,3
Al ₂ O ₃ -20%NbC	4,40	97,4	92,4	97,0
Al ₂ O ₃ -40%NbC	4,92	90,0	86,2	96,7

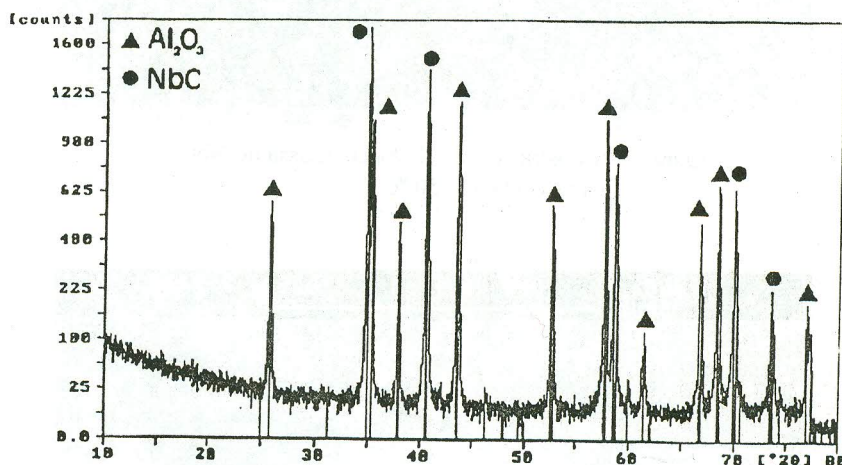


Figura 1 -Difratograma de raios de amostra Al₂O₃-20 % em massa de NbC, sinterizada a 1650 °C.

A micrografia com menor aumento (figura 2) revela a distribuição uniforme do carbeto na matriz de alumina. Na figura 3 pode-se observar que o ataque químico não apresentou bons resultados, não delineando os contornos de grão. Como o ataque térmico seria bastante difícil porque as amostras deterioram a temperaturas elevadas em atmosfera oxidante, foram utilizadas superfícies fraturadas das amostras, para observação. A figura 4 apresenta uma micrografia típica.

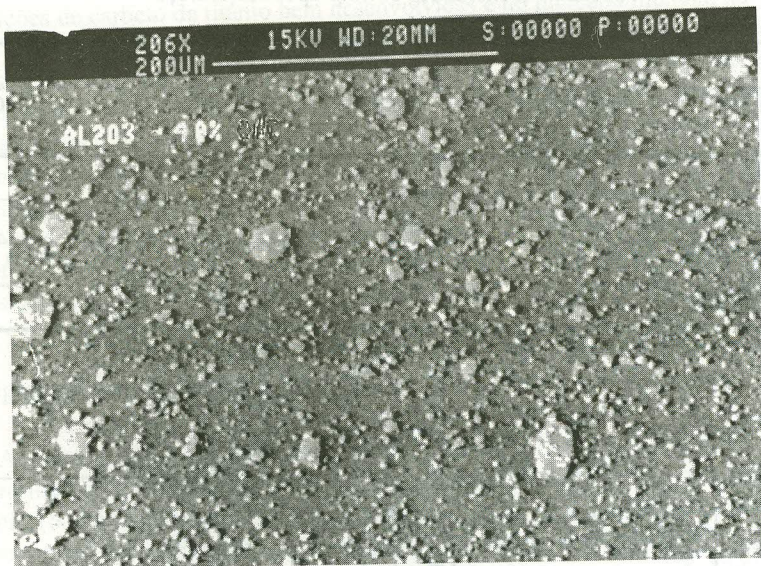


Figura 2 - Amostra Al_2O_3 - 40 % em massa de NbC sinterizada a 1650 °C.



Figura 3 - Amostra Al_2O_3 - 40 % em massa de NbC sinterizada a 1650 °C, atacada quimicamente.

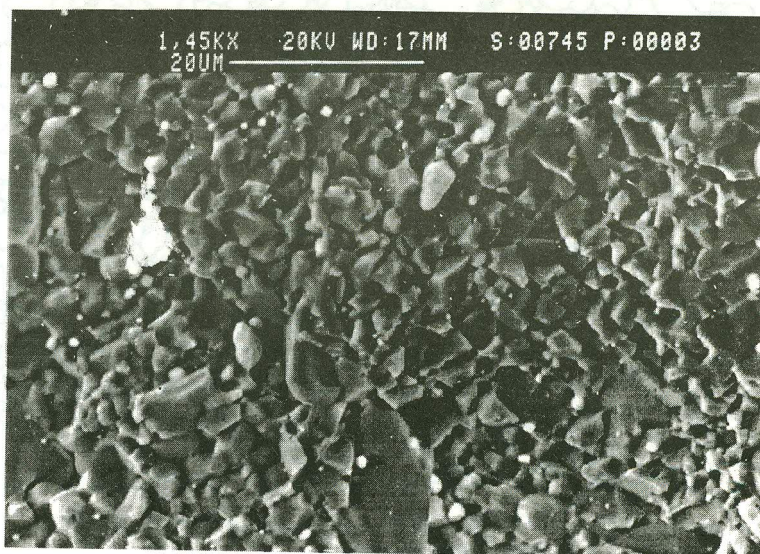


Figura 4 - Superfície de fratura de amostra Al_2O_3 - 20 % em massa de NbC, sinterizada a 1650 °C.

A análise das micrografias de superfícies fraturadas, pelo programa para análise de imagens Quantikov 1.7, foi inviável, devido a grande diversidade de tons e contrastes nas mesmas, não sendo possível identificar automaticamente os contornos de grão presentes nas amostras. Para utilizar este software foi necessário desenhar manualmente os contornos dos grãos. A figura 5 apresenta os contornos de grão relativos à figura 4.

As figuras digitalizadas foram quantificadas utilizando-se o software para análise de imagens Quantkov 1.7 ^[11]. Os resultados foram obtidos utilizando-se estatística de medida de perímetro médio para os grãos. Os valores médios do tamanho de grão para a matriz de alumina das amostras sinterizadas a 1650 °C são apresentados na figura 6. As amostras analisadas foram as sinterizadas a 1650 °C, onde a variação na concentração de aditivos causou grandes alterações nas densidades obtidas.

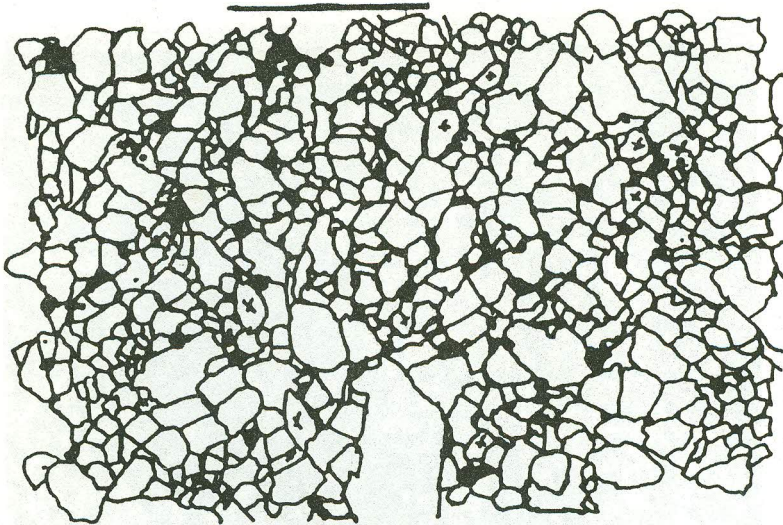


Figura 5 - Contornos dos grãos relativos à micrografia apresentada na figura 4.

Resultado Da Análise Microestrutural

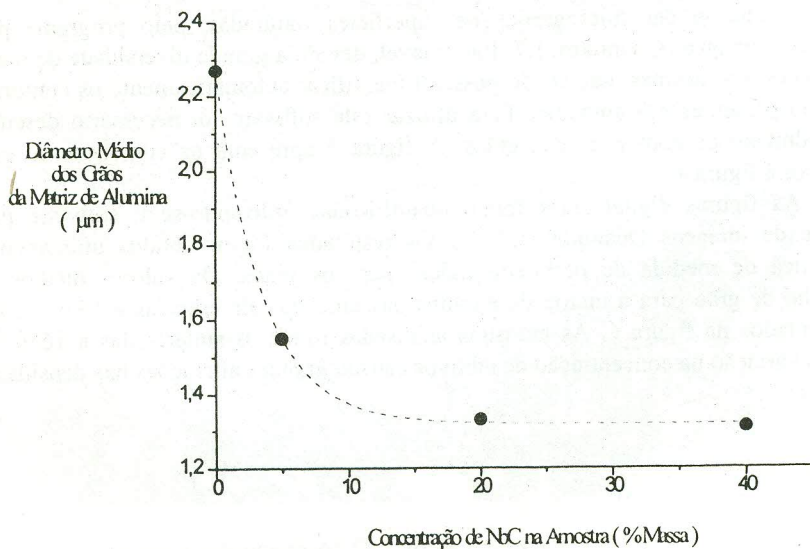


Figura 6 - Diâmetro médio dos grãos de alumina em função da concentração de carbeto, para amostras sinterizadas a 1650 °C.

CONCLUSÕES

Os resultados mostram que densidades relativamente elevadas podem ser obtidas mesmo na temperatura de 1600 °C. Com o aumento da concentração de NbC há uma certa tendência para diminuir a densidade nas temperaturas de 1600 °C e 1650 °C, mas a 1730 °C há um aumento de densidade quando se adiciona o carbetto, com pouca influência do valor da concentração, no intervalo estudado; isto provavelmente devido ao efeito do retardamento do crescimento dos grãos de alumina.

A análise da microestrutura das amostras sinterizadas a 1650 °C mostra que pequenas adições de carbetto de nióbio inibem o crescimento de grãos da matriz de alumina, como previsto, pela introdução de partículas de segunda-fase, e não prejudicam muito a densificação do material. Maiores adições de carbetto provocaram uma maior diminuição no tamanho dos grãos da matriz, mas a densificação foi reduzida. Não houve formação de outras fases durante a sinterização.

O estudo deverá continuar para se avaliar os efeitos do carbetto na densificação e controle de crescimento dos grãos de alumina no compósito Al_2O_3 -NbC

REFERÊNCIAS

- 1- A.J. Aller, "New cutting and their properties", *Interceram* 5 (1985) 66-69.
- 2- Bernard North, "Substitution of ceramics for conventional cutting tools", *MPR* (1984) 403-405.
- 3- V.K. Sarin, "Cement carbide cutting tools", *Advances in Powder Technology, ASM Materials* (1982) 253-288.
- 4- R.A. Cutler, AL.. Hurford, A.V. Virkar, "Pressureless sintered Al_2O_3 -TiC composites", *RM & HM* (1989) 114-120.
- 5- Z. Zakhariiev, M. Marinov, R. Zlatewa, K.H. Khristov, "A new combination of coatings on carbide cutting tools", *Surface and Coating Technology*, 31 (1987) 265-271.
- 6- I. Lhermitte-Sebire, R. Colmet, R. Naslain, C. Bernard, "The chemical vapour deposition of alumina from $AlCl_3$ - H_2 - CO_2 on a stoichiometric TiC substrate: a thermodynamic approach", *J. of the Less Common Metals*, 118 (1986) 83-102.
- 7- R.P. Wahl, B. Ilsner, "Fracture Behaviour of composites based on Al_2O_3 -TiC", *J. of Materials Science*, 15 (1980) 875-885.
- 8- Nam P. Suh, "New theories of wear and their implications for tool materials", *Wear* 62 (1980) 1-20.
- 9- B. Gurumoothy, K. Kromp, F.B. Prinz, A.C. Bornhauser, "Lifetime Predictions for ceramic cutting tool material at high temperature", *J. of Materials Science*, 22 (1987) 2051-2057.
- 10- D.H. Jack, "Hard materials for metal cutting", *Metals and Materials* (1987) 516-520.

11- L.C.M. Pinto, J.C. Bressiani, "Quantificação de micropartículas com o analisador microestrutural Quantikov, Anais do 49º Congresso Internacional de Tecnologia Metalúrgica e de Materiais, vol. 3 (1994) 247-252.

ALUMINA - NIOBIUM CARBIDE SINTERING

Abstract

Alumina - niobium carbide samples were sintered in order to obtain wear resistant materials potentially used as cutting tools. The carbide compound was added in the concentration range of 5 wt% to 40 wt%. Sintering was performed in the temperature range of 1600 °C to 1700 °C. Matrix grain growth was reduced by adding niobium carbide, however the material densification was lower for sintering temperatures up to 1650 °C. Microstructure analyses were performed from fractured areas by an image analysis software.

Key-Words : Alumina - Niobium carbide, Sintering, Microstructure.