

# SINTERIZAÇÃO POR REAÇÃO DO TRIALUMINETO DE NÍOIBO POR Prensagem ISOSTÁTICA A QUENTE

José Guilherme Branco Taveira, Ricardo Mendes Leal Neto  
Divisão de Materiais Metálicos - MMM

## OBJETIVO

Com o objetivo de conseguir a máxima densificação do  $NbAl_3$ , foram comparados dois processamentos diferentes: prensagem isostática a quente [1] e a sinterização por reação a vácuo. Em ambos os casos, o material é densificado com base na Síntese Auto-Propagante em Alta Temperatura conhecido como SHS (do inglês "Self-Propagating High Temperature Synthesis") [2]. Este método utiliza-se do calor gerado pela reação de síntese do composto, a partir de seus constituintes (pós elementares) para promover a sinterização. O material de partida é um compactado dos pós de Nb e Al misturados previamente.

## METODOLOGIA

Na obtenção de compactados a verde foram seguidas as operações: pesagem dos pós na proporção estequiométrica do  $NbAl_3$ , ambos na faixa de -400 mesh; mistura das cargas individuais e compactação a frio em prensa uniaxial por meio de matriz cilíndrica flutuante com pressão de 50MPa. Em trabalhos anteriores [3], concluiu-se que a espessura da cápsula para a prensagem isostática a quente seria um parâmetro importante no processo e portanto, neste trabalho foi utilizada uma cápsula com 1mm de espessura (anterior 2,2mm). A cápsula foi confeccionada em aço inox 304 contendo um tubo capilar na tampa (fig.1). A selagem da cápsula, contendo o compactado, foi feita sob vácuo mediante ao estrangulamento do capilar por meio de alicate hidráulico. Foi realizado um teste

prévio para avaliar a resistência da cápsula à reação de síntese (1000°C/ ao ar). Esta cápsula resistiu ao teste e a pastilha em seu interior também foi utilizada para comparação das densidades. Outro teste consistiu em prensar isostaticamente o material compactado, porém, sem a utilização da cápsula. O ciclo de temperatura empregado na sinterização a vácuo consistiu-se de degaseificação prévia (500°C/4h), seguido de aquecimento (15°C/mim) até 900°C, suficiente para disparar a reação exotérmica entre o Nb e o Al ( $\approx 850^\circ\text{C}$ ) [4]. O ciclo empregado, em todos os ensaios, na prensagem isostática a quente consistiu de elevação da pressão, a temperatura ambiente, até 70MPa, posteriormente, elevou-se a pressão até 170 MPa e temperatura até 1000°C, permanecendo por 5mim e em seguida, procedeu-se o resfriamento.

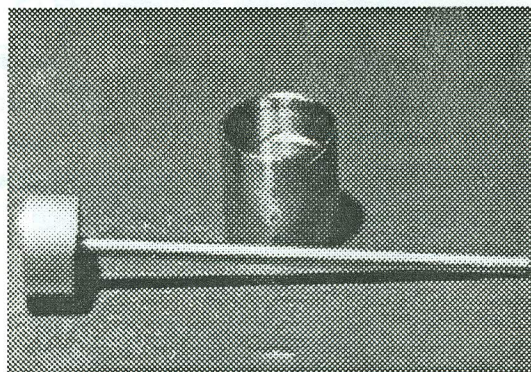


Figura 1. Cápsula com tampa e capilar usinados em aço inox 304 empregada na prensagem isostática a quente.

## RESULTADOS

Na tabela 1 é apresentada uma síntese dos resultados obtidos de densidade a verde, densidade hidrostática e aspecto visual da pastilha sinterizada dentro da cápsula sem pressão (A), da pastilha prensada isostaticamente em cápsula com 2,2mm de espessura de parede (B), da pastilha sinterizada sem cápsula sob vácuo (C), da pastilha prensada isostaticamente em cápsula com 1mm de espessura de parede (D) e da pastilha prensada isostaticamente sem cápsula (E).

Tabela 1. Resultados obtidos referentes à densidade a verde, densidade hidrostática e aspecto visual das pastilhas.

Pastil	Dens. a verde (%dens. teor. a verde)	Dens. hidrost. (%dens. teor. reagida)	Aspecto visual
A	2,86 ± 0,05 (67,7% d.t.)	_____	poros distribuídos
B	2,95 ± 0,05 (69,1% d.t.)	4,12 ± 0,01 (90,4% d.t.)	perda de massa e poros distribuídos
C	2,81 ± 0,05 (65,8% d.t.)	4,35 ± 0,07 (95,4% d.t.)	poros localizados na região central
D	2,84 ± 0,05 (65,7% d.t.)	3,39 ± 0,01 (74,7% d.t.)	poros distribuídos
E	3,85 ± 0,05 (89,12% d.t.)	_____	Inchamento dens. geo.  1,66 ± 0,05 (36,4% d.t.)

\*Obs.: a amostra E foi compactada a 300 MPa.

## CONCLUSÕES

A densidade baixa obtida com a utilização da prensagem isostática a quente, na amostra D demonstra que alguns parâmetros ainda necessitam de maior estudo como por exemplo o tempo de permanência da cápsula em alta

temperatura. A espessura de parede de 1mm foi considerada ideal em relação a cápsula da amostra B devido a deformação apresentada. Futuramente será estudada a otimização do ciclo de pressão, temperatura e tempo. O fechamento da cápsula da amostra D, feita por meio de um alicate hidráulico e vácuo mecânico, eliminou o problema de falha de fechamento que ocorreu na amostra B. A amostra E apresentou um inchamento generalizado causado pela infiltração do gás da prensagem a quente, sendo que, pressões maiores de compactação a frio, possam evitar este problema.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] GERMAN, R. M.; MURRAY, J. C. **Reactive processing of niobium aluminate NbAl<sub>3</sub>.** *Advances in Powder Metallurgy.*: 1990, vol. 2, p. 145-160.
- [2] MUNIR, Z. A. **The Synthesis and Consolidation of Powders by Self Propagating Methods.** *Rev. Partic.*: 1993, v.1, n. 1, p. 41-47.
- [3] TAVEIRA, J. G. B.; LEAL NETO, R. M. **Sinterização por reação do NbAl<sub>3</sub> - Prensagem isostática a quente.** *Relatório semestral do programa CNPq/PIBIC.*: 1997.
- [4] LEAL NETO, R. M.; TAVEIRA, J. G. B.; INOUE, W. S.; FERREIRA, P. I. **Sinterização por reação do NbAl<sub>3</sub> - Efeitos de algumas variáveis de processo na densificação.** *Anais do XI CBECIMAT:* 1994, v. 1, p. 107-110.

## APOIO FINANCEIRO AO PROJETO

O apoio financeiro refere-se a concessão da bolsa de iniciação científica do PIBIC/CNPq.