

ESTUDO DE PARÂMETROS DE SINTERIZAÇÃO PARA OBTENÇÃO DE ALUMINA TRANSLÚCIDA.

L. A. GENOVA, A. H. A. BRESSIANI, J. C. BRESSIANI
Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN-CNEN/SP
C.P. 11049 - CEP 05499 - S. Paulo, SP

ABSTRACTS

For the purpose of obtaining translucent alumina bodies, some processing parameters have been studied using commercial alumina powders of different sources. Samples were conformed by cold isostatic pressing and sintered at temperatures in the range of 1550 and 1700°C. Microstructural analysis was carried out using scanning electron microscopy in order to determine the relationship of the microstructure with the processing parameters and powders characteristics.

RESUMO

Partindo-se de aluminas comerciais indicadas para a obtenção de peças translúcidas, estudou-se alguns parâmetros de processamento. Os pós foram caracterizados química e fisicamente, e amostras foram conformadas por prensagem isostática a frio, sendo posteriormente sinterizadas em temperaturas na faixa de 1550 e 1700°C. As microestruturas foram analisadas por MEV, e relacionadas aos parâmetros de processamento e características dos pós.

I- INTRODUÇÃO

A utilização de tubos de alumina translúcida como encapsulantes para lâmpadas de descarga de vapor de sódio, tem larga aplicação. Lâmpadas deste tipo apresentam, se comparadas às convencionais de sódio, maior luminosidade e menor consumo de energia, assim como uma elevada vida útil¹.

Translucidez, com até 96% de transmissão total de luz, em alumina policristalina, é obtida pela completa eliminação de poros, além da não ocorrência de segunda fase, que atuariam como centros espalhadores de luz. A não ocorrência de segunda fase é obtida, partindo-se de pó com elevada pureza, enquanto que a eliminação total de poros pressupõe a completa remoção dos gases aprisionados nos mesmos. Estudos realizados por Coble² sobre o efeito da atmosfera na sinterização da alumina, demonstram que para se atingir a densidade teórica (porosidade zero), além de controle do crescimento anormal de grãos, característico do material, é necessário que a atmosfera seja hidrogênio, oxigênio ou vácuo, pois ao contrário dos dois primeiros, os outros gases (argônio, hélio, nitrogênio, e portanto o ar) apresentam baixa ou nenhuma solubilidade na alumina, não difundindo pela rede, e desta forma impedindo a eliminação dos poros.

Reporta-se^{3,4,5} como condições de sinterização, para a obtenção de peças translúcidas de alumina, atmosfera de hidrogênio ou alto vácuo ($\sim 10^{-5}$ Torr), em temperaturas próximas a 1650°C, por tempos de até 10 horas, sendo que em atmosfera de hidrogênio são necessários os maiores tempos de sinterização, para a completa

difusão do mesmo, acarretando um maior crescimento de grãos.

Vários autores discutem a influência de aditivos como MgO, CaO, Y_2O_3 , La_2O_3 , nas propriedades essenciais para a aplicação da alumina translúcida como encapsulante: alta transmissibilidade de luz, resistência mecânica, e inércia química quanto ao sódio, em temperaturas elevadas^{3,4}.

Neste trabalho são estudados preliminarmente parâmetros de sinterização de pós de alumina de elevada pureza, alguns indicados comercialmente à obtenção de corpos translúcidos. Corpos de prova foram sinterizados entre 1550°C e 1690°C, ao ar, e analisados quanto à densificação e microestrutura.

Apesar de não se trabalhar nas condições apropriadas para se atingir a translucidez, pode-se avaliar o comportamento dos diversos pós, relacionando-os às respectivas características físicas e químicas, o que certamente contribuirá para estudos posteriores.

II- PROCEDIMENTO

As aluminas utilizadas neste estudo, AKP-3000 e AKS-3000 da Sumitomo Chemical Co., Baikalox CR-10 e Baikalox CR-6 da Baikowski Chimie, foram caracterizadas quanto à pureza química por análise espectrográfica semi-quantitativa, à distribuição de tamanho de partículas, e morfologia de cristalitos por MET. Os pós com adição de 1% em peso de polietilenoglicol foram compactados em prensa uniaxial a 100 MPa, na forma de pastilhas com 12 mm de diâmetro, e posteriormente em prensa isostática a 235 MPa. Estas pastilhas foram pré-sinterizadas a 1000°C para retirada do aditivo orgânico e posteriormente sinterizadas em forno de elemento resistivo Super-Kantal, entre 1550°C e 1690°C, todas com a mesma taxa de aquecimento (5°C/min.) e mesmo patamar (1 hora). Após isso, mediu-se a densidade aparente destas pastilhas e analisou-se as microestruturas por microscopia eletrônica de varredura.

III- DICUSSÃO E APRESENTAÇÃO DOS RESULTADOS

A análise química por espectrografia semi-quantitativa, apresentada na tabela I, demonstra o alto grau de pureza dos pós de partida, sendo que a AKS-3000 encontra-se dopada com MgO. Além disso, análise espectrográfica qualitativa não detectou a presença de írio e lantânio. As curvas de distribuição de tamanho de partículas são apresentadas na figura 1, onde se observa tamanhos médios de partículas bastante pequenos (de 0,4 a 0,7 μm), sendo a AKS-3000, a amostra que apresenta maior tamanho médio de partículas, com distribuição de tamanho mais estreita. A análise de tamanho e morfologia de cristalitos, por microscopia eletrônica de transmissão, demonstra que tanto a alumina AKP-3000 (figura 2) quanto a AKS-3000, apresentam partículas de tamanho uniforme, com formas arredondadas e superfícies lisas, enquanto as demais, apesar de menor tamanho das partículas, são irregulares na morfologia, com superfícies rugosas.

Tabela I- Análise química (em ppm) dos pós de partida.

elemento	AKP-300Q	AKS-3000	CR-10	CR-6
Si	<20	<20	20	20
Mg	30	500	<10	10
Ca	<20	20	<20	20
Na	<50	<50	<50	<50

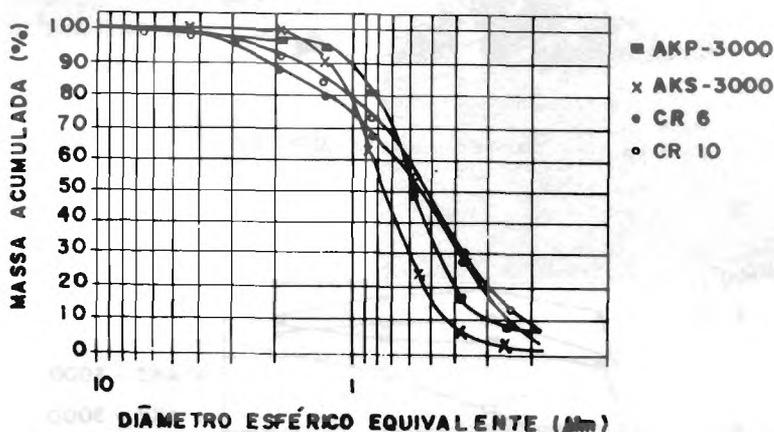


Fig. 1- Distribuição de tamanho de partículas das aluminas estudadas

Na tabela II é apresentada a evolução na densidade das amostras com a compactação e as diversas temperaturas de sinterização.

Tabela II- Variação da densidade na conformação e sinterização.

	compact. uniax. *	prensa isostát*	1550 °C	1600 °C	1650 °C	1690 °C
AKP-3000	1,97	2,06	3,62	3,80	3,76	3,74
AKS-3000	2,04	2,13	3,83	3,95	3,92	3,81
CR-10	2,08	2,16	3,09	3,32	3,50	3,62
CR-6	2,00	2,08	3,56	3,68	3,69	3,76

* - densidade geométrica

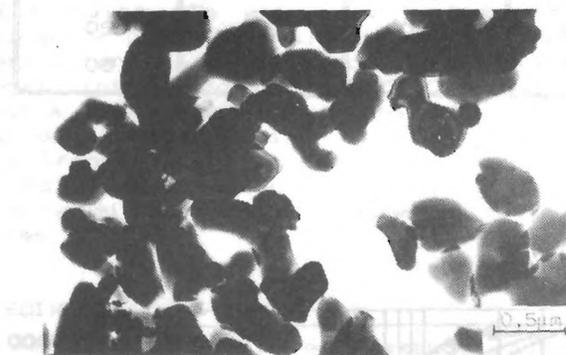


Fig. 2- Morfologia das partículas da AKP-3000.

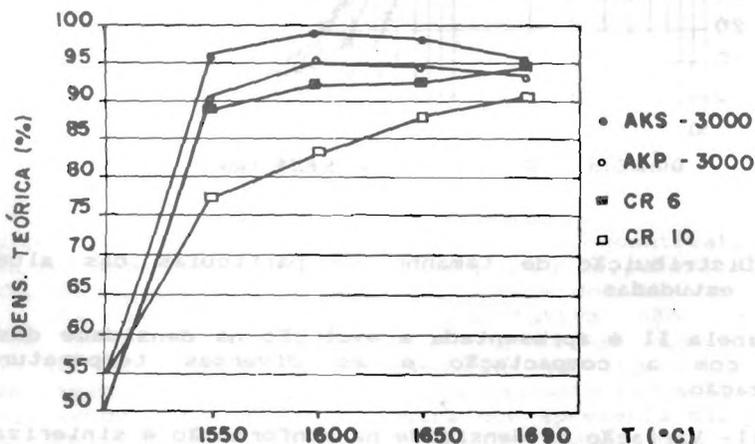
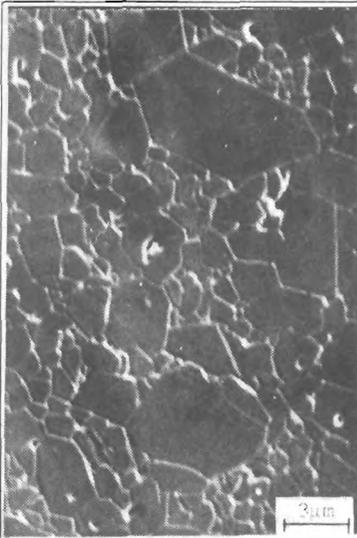


Fig. 3- Densidade em função da temperatura de sinterização.

Observa-se que a AKP-3000 e a AKS-3000 apresentam elevada reatividade, atingindo um máximo de densidade a 1600 °C, que para a AKS, dopada com MgO, representa 99,1% da densidade teórica. Para as outras aluminas mantém-se, na faixa de temperatura investigada, a relação direta entre temperatura e densidade. Isto pode ser melhor visualizado na figura 3, enquanto que na figura 4 são



(a)

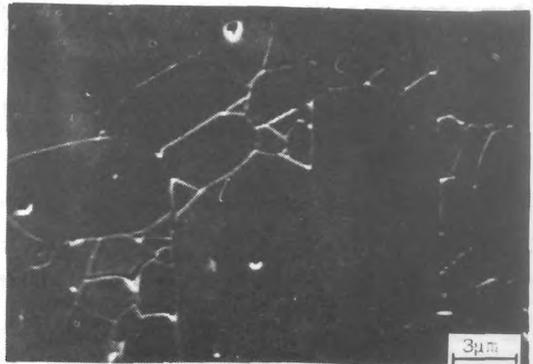
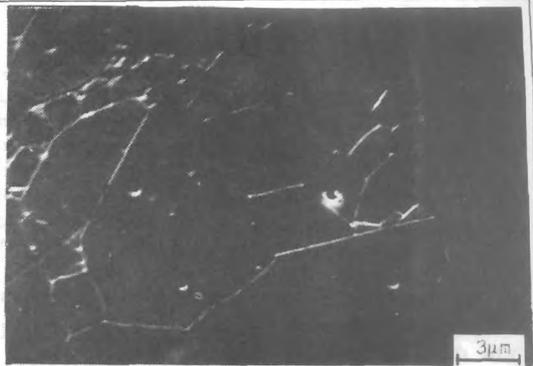
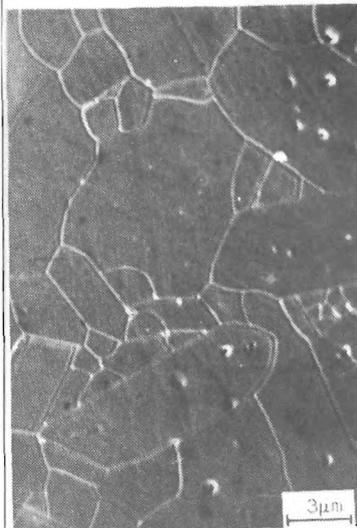
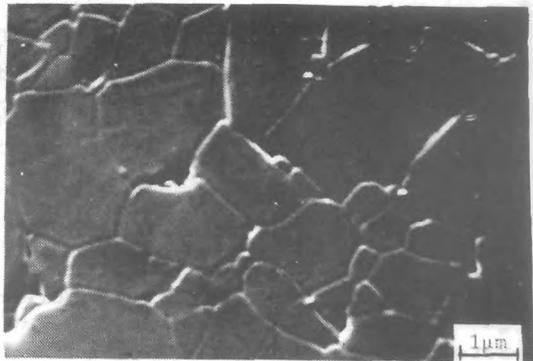


FIG.4: Micrografias da alumina
AKS-3000 a diferentes
temperaturas de sinteri-
zação - (a) 1600°C/1h
(b) 1650°C/1h
(c) 1690°C/1h



(a)



(b)

FIG.5: Micrografias das aluminas
CR-6 (a) e CR-10 (b), sin-
terizadas a 1690°C/1h