

## FORMAÇÃO DE CAMADA SUPERFICIAL DE GRÃOS ENORMES EM CORPOS SINTERIZADOS DE ALUMINA TRANSLÚCIDA

H.N. Yoshimura<sup>1</sup>, A.C. da Cruz<sup>2</sup>, J.C. Bressiani<sup>3</sup>, H. Goldenstein<sup>4</sup>

Av. Prof. Almeida Prado, 532, São Paulo, SP, 05508-901, hnyoshim@ipt.br

<sup>1</sup> Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo S/A - IPT

Divisão de Química - Agrupamento de Materiais Inorgânicos (DQ-AMI)

<sup>2</sup> IPT – Divisão de Mecânica e Eletricidade – Laboratório de Plasma

<sup>3</sup> Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN / Divisão de Materiais

<sup>4</sup> Escola Politécnica da Universidade de São Paulo – EPUSP  
Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais

### RESUMO

*Na sinterização de alumina translúcida observou-se formação de uma microestrutura constituída de uma camada superficial de grãos enormes aderida à região interna policristalina. Os grãos desta camada apresentaram dimensões de milímetros na superfície e espessuras da ordem de 100µm. Foram investigados diversos parâmetros, como temperatura, tempo, atmosfera e aditivo de sinterização, espessura da amostra, densidade a verde e acabamento superficial do corpo verde, na formação desta camada. Realizou-se um arranjo experimental onde as amostras foram sinterizadas dentro de tubos de alumina translúcida contendo espinélio. Neste caso, a atmosfera rica em MgO inibiu a formação da camada. A formação da camada de grãos enormes está relacionada com a evaporação de MgO da superfície, mas diversos parâmetros tenderam a dificultar ou até mesmo inibir esta formação.*

Palavras-chaves: alumina translúcida, microestrutura, crescimento anormal de grão, aditivos de sinterização, parâmetros de processamento

### INTRODUÇÃO

A alumina policristalina translúcida é aplicada principalmente como envelope de contenção do arco elétrico em lâmpadas de descarga elétrica de alta intensidade, como a lâmpada de sódio de alta pressão, devido às suas boas propriedades de transmitância à luz visível, resistência à corrosão por vapor de sódio e resistência ao choque térmico. Recentemente tem sido também aplicada como envelope da lâmpada de haleto metálico<sup>(1)</sup>. A alumina translúcida pode ser obtida pela sinterização de um pó de alumina submicrométrico de elevada pureza, dopada com pequenas quantidades de MgO (até 0,5%), em temperaturas acima de 1700°C e em atmosfera de hidrogênio ou vácuo<sup>(2)</sup>. A microestrutura típica da alumina translúcida aplicada em envelope consiste basicamente de uma estrutura policristalina com grãos com morfologia aproximadamente equiaxial com tamanho médio de grão variando entre ~20 e 50µm, praticamente isenta de poros e segundas fases (partículas de segunda fase, como poro e espinélio (MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>), geralmente são observadas em quantidades residuais)<sup>(3)</sup>.

A alumina dopada com MgO se tornou um sistema clássico de estudo de sinterização no estado sólido<sup>(4)</sup>. A adição de MgO inibe a ocorrência do crescimento anormal de grãos e possibilita que a alumina seja sinterizada em temperaturas elevadas e atinja densidade próxima da teórica<sup>(2)</sup>. A ocorrência de crescimento anormal de grãos durante a sinterização, antes que a alumina atinja elevadas densidades, causa o aprisionamento de poros nos interiores dos grãos. A eliminação destes poros é muito lenta quando comparada à dos poros que ficam 'amarrados' nos contornos de grão e impede que a alumina alcance densidade próxima da teórica<sup>(5)</sup>. Poros são os principais centros espalhadores de luz e precisam ser praticamente todos eliminados para que a alumina passe a apresentar significativa transparência à luz<sup>(6)</sup>. Diversos sistemas de aditivos para sinterização de alumina translúcida são apresentados na literatura, como MgO, MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO-ZrO<sub>2</sub> e/ou HfO<sub>2</sub> e MgO-ZrO<sub>2</sub>-CaO<sup>(7)</sup>.

Segundo Charles et al.<sup>(3)</sup>, a fabricação da alumina translúcida é realizada com um excesso de MgO para compensar a perda por evaporação que ocorre durante a sinterização. O mínimo necessário para se controlar o crescimento de grão na alumina corresponde ao limite de solubilidade do MgO na alumina- $\alpha$  de ~300ppm, mas a dificuldade de controle de alguns parâmetros de processamento que influenciam na evaporação do MgO impede uma previsão precisa do teor inicial necessário para compensar esta perda. Em consequência formam-se partículas de espinélio que causam espalhamento da luz<sup>(3)</sup>. Assim, por razões práticas, é necessário operar com um excesso de MgO, que sacrifica parte da transmissão de luz, para assegurar o controle do crescimento de grão. Quando a sinterização é realizada somente com MgO sem o excesso necessário, ocorre crescimento anormal de grão na superfície (com grãos alongadas grandes de até 3mm de comprimento) e o corpo sinterizado apresenta baixa resistência mecânica e aparência turva com baixa transmitância em linha<sup>(3)</sup>.

Burke et al.<sup>(8)</sup> observaram, após sinterização de amostras de alumina dopada com 500 a 1000ppm de MgO em atmosfera de hidrogênio, grãos muito grandes crescidos na superfície das amostras, cujas dimensões no plano da superfície variaram entre 2 e 10mm, mas a espessura foi de apenas 10 a 40 $\mu$ m. Eles observaram que na região de 10 $\mu$ m da superfície, os grãos grandes tinham porosidade, mas na parte mais interna de 30 $\mu$ m eles eram praticamente isentos de poros. A formação desta microestrutura foi interpretada como uma seqüência de eventos: i) nos estágios iniciais da sinterização ocorre perda de MgO na região próxima à superfície (de espessura de ~10 $\mu$ m) para um teor inferior a 200ppm, que é a concentração necessária para inibir o crescimento anormal de grãos; ii) após uma certa densificação ocorre crescimento anormal de grãos, como ocorre em alumina sem aditivo, formando grãos grandes e porosos com espessura de ~10 $\mu$ m e dimensão lateral de até vários milímetros; iii) após o resto da amostra alcançar a densidade teórica, estes grãos crescem pelo mecanismo de crescimento normal de grãos sobre a região interna de maior teor de MgO, resultando na parte mais interna de 30 $\mu$ m da espessura dos grãos grandes da superfície praticamente isentos de poros<sup>(8)</sup>.

Esta microestrutura constituída de grãos com dimensões muito grandes (da ordem de milímetros) na superfície e com espessura da ordem dezenas de micrômetros é denominada neste trabalho de camada superficial de grãos enormes. O trabalho de Burke et al.<sup>(8)</sup>, um dos únicos até o momento sobre a formação desta camada, apresentou um modelo para explicar esta formação baseado apenas em microestruturas contendo esta camada (eles não verificaram a influência de nenhum parâmetro de processamento na formação desta microestrutura). O objetivo deste trabalho é investigar diversos parâmetros, como temperatura, tempo e atmosfera de

sinterização, aditivo, espessura da amostra, pressão de compactação e acabamento superficial do corpo verde, na formação da camada superficial de grãos enormes em corpos sinterizados de alumina translúcida. A influência desta camada na transmitância em linha da alumina será apresentada num trabalho futuro.

## PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Utilizou-se um pó de alumina de elevada pureza (Showa Denko UA-5105: tamanho médio, determinado em sedígrafo, de  $\sim 0,6\mu\text{m}$  e área superficial, determinada pelo método de BET, de  $\sim 9\text{m}^2/\text{g}$ ) para preparação de pós granulados contendo diferentes quantidades de  $\text{MgO}$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{CaO}$ , que foram introduzidos na forma dos respectivos nitrato ou cloreto. Também se utilizou um pó granulado comercial (denominado GC) e um de origem industrial (denominado GI). Em geral os corpos verdes foram preparados por prensagem uniaxial com 200MPa em uma matriz de carbetto de tungstênio de 15mm de diâmetro. Em séries específicas variou-se: i) a pressão de compactação: 100 a 300MPa; e ii) o modo de prensagem a frio: uniaxial ou isostático. Alguns corpos verdes, após prensagem, tiveram suas superfícies planas desbastadas com lixa e alisadas em papel para se retirar material das regiões próximas às superfícies. Foram preparados corpos verdes com diferentes espessuras que resultaram em corpos sinterizados com espessuras variando entre  $\sim 0,5$  e 10mm.

Os corpos verdes foram pré-queimados em ar a  $1100^\circ\text{C}$  por 1h após patamar intermediário a  $300^\circ\text{C}$  por 2h. A sinterização das amostras foi realizada em um forno elétrico com malha de aquecimento de W (NEMS NM-15), com um porta-amostras de Mo. As taxas de aquecimento empregadas foram  $\sim 17^\circ\text{C}/\text{min}$ . até  $1000^\circ\text{C}$  e  $\sim 14^\circ\text{C}/\text{min}$ . entre  $1000^\circ\text{C}$  e a temperatura de sinterização, e a taxa de resfriamento foi de  $\sim 67^\circ\text{C}/\text{min}$ . As sinterizações foram realizadas em temperaturas variando entre 1700 e  $1900^\circ\text{C}$ , por tempos de 1 a 8h e em atmosfera de hidrogênio puro (99,999%) ou vácuo. Entre séries experimentais foram realizadas corridas de limpeza do forno e do porta-amostras a 1900 ou  $2000^\circ\text{C}$  em vácuo.

Em uma série específica, as amostras com teor inicial de  $\text{MgO}$  variando entre 225 e 1990ppm foram sinterizadas cada uma dentro de um tubo diferente de alumina translúcida com 11mm de diâmetro, cujas extremidades foram parcialmente tampadas com o apoio de placas de alumina translúcida. Foram realizadas duas corridas: uma com os tubos contendo apenas as amostras, e a outra com os tubos contendo, além das amostras, 0,1g de espinélio (10%  $\text{MgO}$ ) para formação de uma atmosfera rica em  $\text{MgO}$  durante a sinterização.

Foram realizadas análises químicas em todos os pós granulados para se confirmar os teores iniciais dos aditivos e das impurezas. Algumas amostras sinterizadas também foram analisadas quimicamente. As amostras sinterizadas foram analisadas principalmente por microscopia óptica em duas regiões: diretamente na superfície, para verificar a extensão de formação da camada de grãos enormes; e na seção transversal, polida e atacada termicamente, para verificar a espessura da camada superficial e a microestrutura da região interna. Em uma amostra foi realizado o mapeamento de distribuição de elementos Mg, Ca e Y (pela técnica de microsonda eletrônica EPMA).

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Figura 1 apresenta algumas micrografias típicas observadas quanto à formação da camada superficial de grãos enormes em amostras de alumina translúcida.

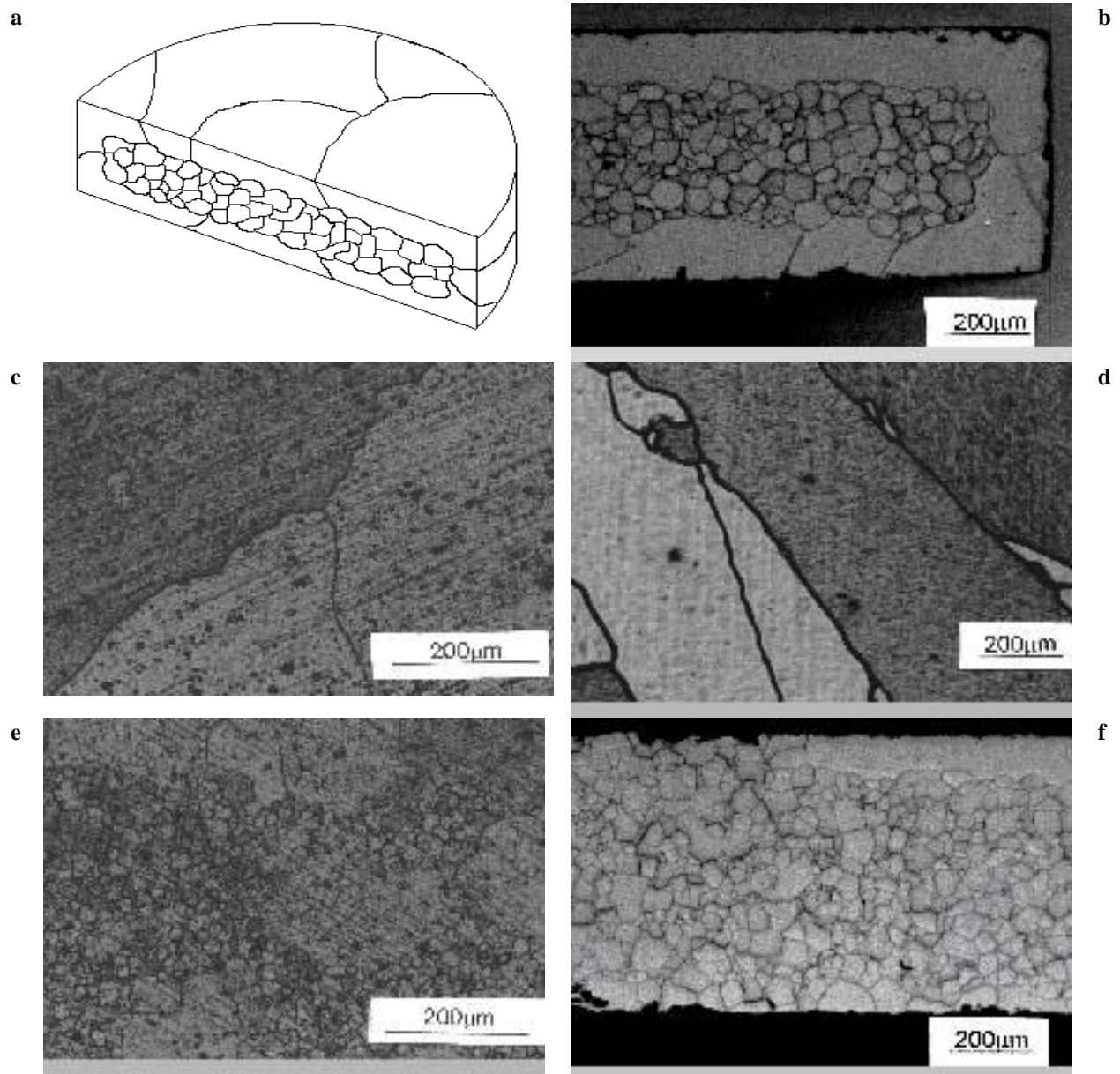


Figura 1: Esquema da camada superficial de grãos enormes (a) e microestruturas típicas da camada na seção transversal (b, f) e na superfície (c, d, e).

A Figura 1a apresenta esquematicamente a formação completa da camada envolvendo toda a amostra. A Figura 1b mostra a camada superficial observada na seção transversal da amostra com espessura relativamente constante e regular envolvendo a região interna policristalina. As Figuras 1c e 1d apresentam micrografias da superfície da amostra mostrando parcialmente grãos com dimensões de alguns milímetros. Geralmente estes grãos enormes apresentavam morfologia irregular (Figura

1c), mas em alguns casos foram observados grãos alongados (Figura 1d), similares aos descritos por Burke et al.<sup>(8)</sup>. Além das amostras que apresentaram formação completa da camada e das amostras que não apresentaram nenhuma formação, várias amostras apresentaram formação parcial da camada, cujas superfícies eram constituídas de grãos enormes misturados com regiões policristalinas, como as micrografias apresentadas nas Figuras 1e e 1f. As espessuras da camada variaram geralmente entre ~60 e 150µm, mas também foram observadas espessuras de até 200µm.

### **Evaporação de MgO**

Os resultados da análise química mostraram que o teor de MgO diminuiu durante a sinterização (Tabela I), independente do teor inicial de MgO e do sistema de aditivos.

Tabela I: Teores de MgO (em ppm) antes (pó granulado) e após (corpo sinterizado) a sinterização a 1850°C por 3h em vácuo.

Amostra	J <sup>a</sup>	S1 <sup>a</sup>	GI <sup>a</sup>	S2 <sup>b</sup>	M <sup>c</sup>	K <sup>c</sup>	S4 <sup>c</sup>	B <sup>c</sup>	F <sup>d</sup>	S3 <sup>d</sup>
<b>Pó granulado</b>	233	316	687	305	176	213	297	594	224	302
<b>Corpo sinterizado</b>	149	232	468	51	88	98	158	387	29	58
<b>Redução (%)</b>	36	27	32	83	50	54	47	35	87	81

Notas: Sistema de aditivos: <sup>a</sup> - MgO; <sup>b</sup> - MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; <sup>c</sup> - MgO-CaO; <sup>d</sup> - MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO.

A análise de mapeamento químico na seção transversal de uma amostra contendo inicialmente ~320ppm de MgO e ~160ppm de CaO, sinterizada a 1850°C por 3h em vácuo, mostrou a presença de Mg distribuído na região interna da amostra, mas não detectou a sua presença nas regiões próximas à superfície. A região superficial empobrecida em Mg foi observada em seções contendo ou não a camada de grãos enormes e a espessura desta região variou entre ~100 e 150µm. Outros trabalhos<sup>(1,9)</sup> também mostraram a ocorrência de diminuição mais acentuada de Mg nas regiões próximas à superfície em corpos de alumina translúcida sinterizados apenas com MgO.

Na série de sinterização de amostras colocadas dentro de tubos de alumina translúcida, com e sem espinélio, realizada a 1850°C por 3h em vácuo com teor inicial de MgO de 225, 270, 470, 690 e 1990ppm, observou-se que:

- as amostras contendo até 690ppm de MgO apresentaram formação da camada superficial de grãos enormes quando sinterizadas sem a presença de espinélio;
- estas mesmas amostras não apresentaram formação da camada quando sinterizadas com a presença de espinélio (Figura 2);
- a amostra com 1990ppm de MgO não apresentou formação da camada em nenhuma das duas condições.

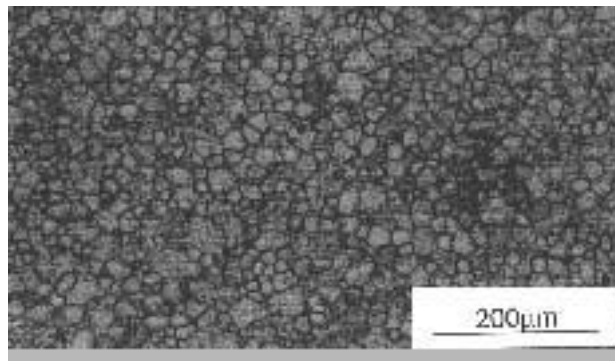


Figura 2: Superfície de amostra com 270ppm de MgO inicial sinterizada a 1850°C por 3h em vácuo dentro de tubo de alumina translúcida contendo espinélio.

A atmosfera rica em MgO decorrente da evaporação do espinélio deve ter inibido ou diminuído a evaporação de MgO das amostras durante a sinterização, o que deve ter inibido a formação da camada superficial de grãos enormes. Os resultados indicam que o fenômeno de formação desta camada na alumina é decorrência da evaporação superficial de MgO, onde ocorre uma diminuição acentuada deste na região da superfície e possibilita a formação de grãos enormes com a forma de placas, o que corrobora o modelo apresentado por Burke et al.<sup>(8)</sup> para formação desta microestrutura. Os resultados também mostram que a evaporação de MgO é um fator necessário, mas não suficiente, para ocorrência de formação desta camada, pois a amostra contendo teor inicial elevado de MgO (1990ppm) não apresentou esta formação.

#### **Efeitos de parâmetros de processamento**

A Tabela II apresenta as influências da temperatura e da atmosfera de sinterização na formação da camada superficial de grãos enormes em amostras com diferentes aditivos. Observam-se por estes resultados que:

- existem indicações de que a formação da camada ocorre a partir de uma temperatura mínima que está ao redor de 1800°C;
- a formação da camada é favorecida em atmosfera de hidrogênio em relação ao vácuo; em outra série também se observou mais formação de camada superficial de grãos enormes em amostras sinterizadas em hidrogênio;
- a formação da camada é dificultada ou inibida com o aumento do teor inicial de MgO

Tabela II: Resultados qualitativos de formação da camada superficial de grãos enormes em função da temperatura e da atmosfera de sinterização (3h).

<b>Amostra</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>H</b>	<b>I</b>	<b>J</b>	<b>K</b>	<b>L</b>	<b>M</b>
<b>MgO (ppm)</b>	929	594	323	275	260	233	213	176	176
<b>CaO (ppm)</b>	204	191	159	262	29	7	95	18	42
<b>Vácuo</b>									
<b>1750°C*</b>	N	N	N	N	N	N	N	N	N
<b>1800°C</b>	N	N	I	P	I	I	I	P	P
<b>1850°C</b>	N	N	C	P	P	P	C	C	C
<b>Hidrogênio</b>									
<b>1750°C</b>	N	N	P	N	N	N	N	N	N
<b>1800°C</b>	N	P	C	C	P	P	C	C	C
<b>1850°C</b>	P	C	C	C	C	C	C	C	C

Notas: \* - 1700°C para amostras A a C; N - sem formação; I - indícios de formação; P - formação parcial; C - predominância de formação da camada de grãos enormes.

A Tabela III apresenta as influências do tempo de sinterização (1 a 8h a 1850°C em vácuo) e da espessura da amostra (0,5 a 1,0mm) na formação da camada de grãos enormes (em superfícies sinterizadas livres para a atmosfera) em amostras com aditivos dos sistemas MgO, MgO-CaO e MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO, onde se observa que:

- a adição de outro óxido junto com o MgO dificulta ou inibe a formação da camada, principalmente em amostras contendo Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>;
- o tempo de sinterização teve pouco efeito na formação da camada, não sendo observado aumento de formação da camada com o tempo em amostras com apenas indícios ou formação parcial da camada;
- a espessura da amostra teve pouco efeito na formação da camada, à exceção da amostra com aditivos do sistema MgO-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-CaO, que apresentou formação da camada com 0,5mm, mas não apresentou em espessuras maiores.

Tabela III: Resultados de formação da camada superficial de grãos enormes em função do tempo de sinterização (1850°C em vácuo) e da espessura da amostra.

Amostra	Espessura	1 h	3 h	8 h
<b>P</b> <b>300MgO</b>	<b>0,5mm</b>	C	C	C
	<b>0,7mm</b>	C	C	C
	<b>1,0mm</b>	C	C	C
<b>N</b> <b>300MgO-</b> <b>150CaO</b>	<b>0,5mm</b>	P-C	P-C	P
	<b>0,7mm</b>	P-C	P-C	P-C
	<b>1,0mm</b>	P-C	P-C	P-C
<b>O</b> <b>300MgO-</b> <b>100Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-50CaO</b>	<b>0,5mm</b>	P-C	C	C
	<b>0,7mm</b>	I	I	I
	<b>1,0mm</b>	I	I	I

Notas: I - indício; P - formação parcial; C - predominância de formação da camada (P-C indica que ambas formações foram observadas em diferentes espécimens).

O trabalho de Bagley e Lynn Johnson<sup>(10)</sup> mostra que a formação de grãos enormes ao longo de toda a amostra ocorre abaixo de uma espessura crítica em tratamento térmico de alumina previamente densificada quando há evaporação de MgO. A sinterização de amostras dopadas com MgO a 1850°C por 3h em vácuo com espessuras variando entre 1 e 10mm mostrou que amostras contendo 225 e 690ppm de MgO apresentaram formação da camada de enormes grãos em todas as espessuras e a amostra contendo 1990ppm de MgO não apresentou formação da camada. Este resultado mostra que a espessura da amostra dopada apenas com MgO tem pouca influência na formação da camada superficial de grãos enormes.

A Tabela IV apresenta a influência da densidade a verde na formação da camada de grãos enormes. Observou-se que a amostra com teor intermediário de MgO (687ppm) apresentou forte dependência da densidade a verde, não tendo apresentado formação com baixa densidade. Este resultado indica que, em ocorrendo a evaporação superficial de MgO, a porosidade e o teor de MgO podem determinar a ocorrência do fenômeno de formação da camada.

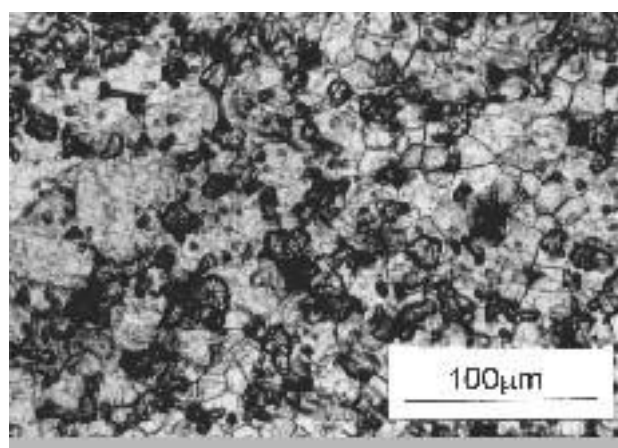
A Figura 3a apresenta uma micrografia da superfície de uma amostra prensada isostaticamente, onde se observa formação parcial da camada. Em geral observou-se menos formação de camada em amostras prensadas isostaticamente do que as mesmas prensadas uniaxialmente, o que levou à suspeita de que o modo de prensagem poderia influenciar a formação da camada de grãos enormes. Para dirimir esta dúvida preparou-se amostras prensadas em ambos os modos e em seguida

desbastou-se uma camada da superfície dos corpos verdes por lixamento; as superfícies lixadas foram em seguida alisadas em papel. Estas amostras foram sinterizadas simultaneamente e observou-se formação de camada em todas as amostras independente do modo de prensagem. Observando-se a Figura 3a nota-se a presença de irregularidades na superfície da amostra prensada isostaticamente devido provavelmente à ação do invólucro flexível utilizado na prensagem. Isto indica que as irregularidades superficiais, e não o modo de prensagem, dificultaram a formação da camada de grãos enormes. Observou-se também que o contato da superfície da amostra com outra superfície (por exemplo de outra amostra) dificulta ou inibe a formação da camada. A Figura 3b apresenta uma micrografia com formação parcial da camada, onde ocorreu contato parcial com a superfície de uma outra amostra (região de pequenos grãos).

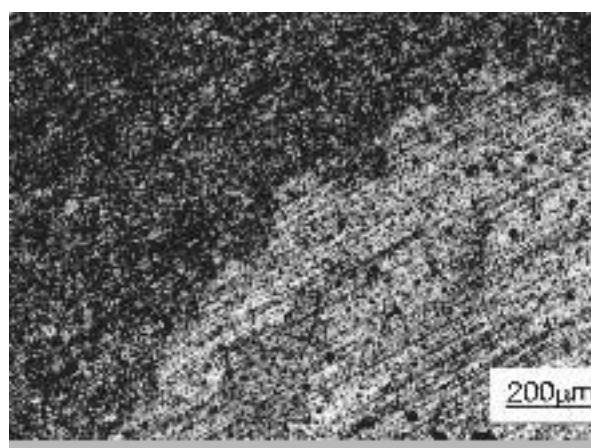
Tabela IV: Formação da camada de grãos enormes em função da densidade a verde (em g/cm<sup>3</sup>) em amostras sinterizadas a 1850°C por 3h em vácuo.

X (225MgO)		P (269MgO)		GC (467MgO)		GI (687MgO)		Y (1990MgO)	
1,73	C	1,73	C	2,14	C	1,76	N	1,77	N
1,85	C	1,83	C	2,17	C	1,90	P	1,96	N
1,90	C	1,93	C	2,18	C	1,96	C	2,08	N

Notas: N - sem formação; P - parcial; C - predominância de formação da camada.



(a)



(b)

Figura 3: (a) Superfície de uma amostra prensada isostaticamente. (b) Superfície de uma amostra onde ocorreu contato parcial com outra amostra durante a sinterização.

## CONCLUSÕES

Na sinterização da alumina translúcida observou-se a formação de uma microestrutura constituída de grãos enormes com forma de placa (dimensões laterais da ordem de milímetros e espessura ao redor de 100µm) na periferia da amostra formando uma camada superficial envolvendo a região interna policristalina. O fenômeno de formação desta camada superficial de grãos enormes na alumina é decorrência da evaporação superficial de MgO, onde ocorre uma diminuição acentuada de MgO na região da superfície e possibilita a formação de grãos enormes com a forma de placas.

Observou-se que em geral esta camada é formada na alumina a partir de 1800°C e que o tempo de sinterização parece ter pouco efeito na sua formação. A atmosfera de sinterização influencia a formação da camada, sendo mais fácil a ocorrência em hidrogênio puro do que em vácuo. O aumento do teor inicial de MgO, a adição de outros aditivos, como CaO e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a diminuição da densidade a verde, a presença de irregularidades superficiais e o contato da amostra com outra superfície dificultam e até inibem a formação da camada superficial de grãos enormes. Não se observou influência da espessura da amostra dopada apenas com MgO e do modo de prensagem (uniaxial ou isostática) na formação desta camada.

## AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem a *Japan International Cooperation Agency - JICA* pela doação de parte dos equipamentos utilizados neste trabalho e ao Sr. K. Maekawa, perito da JICA, pelo apoio técnico.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. K. Maekawa, in Proceedings of the 7<sup>th</sup> International Symposium on the Science & Technology of Light Sources, Ed. R. Itatani, S. Kamiya, The Illuminating Engineering Institute of Japan, Tokyo, 1995, p.293.
2. R.L. Coble, Patente, USP-3026210, 20 de março, 1962.
3. R.J. Charles, S. Prochazka, C.E. Scott, Patente, USP 4285732, 25 de agosto, 1981.
4. Y.-M. Chiang, D.P. Birnie, III, W.D. Kingery, Physical Ceramics: Principles for Ceramic Science and Engineering, John Wiley & Sons, New York (1997) p.351.
5. J.E. Burke, G. Rossi, J. Am. Ceram. Soc. 56 (1973) 654.
6. J.G.J. Peelen, R. Metselaar, Journal of Applied Physics 45, 1 (1974) 216.
7. H.N. Yoshimura, A.C. de Camargo, L.A. Fernandes, E.P. Goulart, K. Maekawa, Anais do 41º Congresso Brasileiro de Cerâmica, São Paulo, junho de 1997, Vol. 1, p.160.
8. J.E. Burke, K.W. Lay, S. Prochazka, in Sintering Processes, Proceedings of the 5<sup>th</sup> International Conference on Sintering and Related Phenomena, Plenum Press, New York (1980) p.417.
9. K. Hamano, Z. Nakagawa, S. Ohta, Yogyo-Kyokai-Shi 91, 9 (1983) 26.
10. R.D. Bagley, D. Lynn Johnson, in Structure and Properties of MgO and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Ceramics, The American Ceramic Society, Ohio (1984) p.666.

## FORMATION OF HUGE GRAINS SURFACE LAYER IN TRANSLUCENT ALUMINA SINTERED BODIES

### ABSTRACT

*In translucent alumina, It was observed a microstructure having a surface layer of huge grains over an internal polycrystalline region. The grains of this layer had dimensions of millimeters on the surface and thickness of around 100 $\mu$ m. It was investigated many parameters, like sintering temperature, time, atmosphere and additive, thickness of the sample, green density and surface finishing of green body, on the formation of this layer. It was prepared a experimental set where the samples were sintered inside translucent alumina tube having inside a spinel particle. In this case, MgO rich atmosphere inhibited the formation of the layer. The mechanism of formation of huge grains surface layer is related with the MgO evaporation from surface, but many parameters had a tendency to difficult or inhibit this formation.*

Key words: Translucent alumina, microstructure, abnormal grain growth, sintering additives, processing parameters