

# Síntese e caracterização do compósito $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e do $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e $\text{Al}_2\text{O}_3$ aditivados com $\text{Nb}_2\text{O}_5$

## (*Synthesis and characterization of $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG composite and $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG and $\text{Al}_2\text{O}_3$ with $\text{Nb}_2\text{O}_5$ additives*)

R. F. Cabral<sup>1,2</sup>, L. H. L. Louro<sup>1</sup>, M. H. Prado da Silva<sup>1</sup>, J. B. Campos<sup>3</sup>, E. S. Lima<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Instituto Militar de Engenharia - IME

<sup>2</sup>Centro Universitário Estadual da Zona Oeste - UEZO

<sup>3</sup>Departamento de Engenharia Mecânica, UERJ/Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas  
ricardof@ime.eb.br, louro@ime.eb.br, marceloprado@ime.eb.br, brant@uerj.br, sousalima@ime.eb.br

### Resumo

O compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG possui alta resistência à corrosão e à fluência em ambientes agressivos, o que permite vislumbrar aplicações bastante atrativas, tais como aletas de motores a jato e de turbinas a gás. Este compósito também apresenta elevada dureza e alta resistência à abrasão possibilitando o seu emprego em blindagens balísticas. Nesse estudo os pós precursores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  foram homogeneizados em moinho de bolas planetário por 4 h, secados em estufa a 120 °C por 48 h, desaglomerados e peneirados. O compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG foi produzido a partir das misturas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  a 1300 °C por 2 h. Foram produzidas amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . Posteriormente os pós foram prensados uniaxialmente a 70 MPa. A sinterização foi feita a 1400 e 1450 °C. Os pós como recebidos e os processados foram caracterizados quanto à área de superfície específica e ao tamanho médio de partícula. Os materiais sinterizados foram caracterizados por densidade e porosidade aparente pelo método de Arquimedes e avaliados quanto à retração e à perda de massa. Os resultados mostraram que são necessários ainda ajustes nas condições de sinterização da composição  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  para melhorar a densificação e a retração, que foram baixas, da ordem de 60 e 3%, respectivamente. O  $\text{Al}_2\text{O}_3$  aditivado com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , por sua vez, apresentou uma densificação satisfatória, de 96% e uma retração em torno de 15%.

**Palavras-chave:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , YAG,  $\text{YNbO}_4$ , sinterização.

### Abstract

The  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG composite exhibits high corrosion and creep resistance in aggressive environments, which provides quite glimpse attractive applications such as jet engine vanes and as gas turbines. This composite also shows high hardness and wear resistance allowing its use in ballistic armor. In this study, precursor powders of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  were homogeneously mixed in a planetary ball mill for 4 h, dried in an oven at 120 °C for 48 h, sieved and deagglomerated. The  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG composite was produced from mixtures of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  at 1300 °C for 2 h. Samples of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  and  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  were produced. Each powder composition was uniaxially pressed at 70 MPa. Sintering was performed at 1400 and 1450 °C. The powders as received and as processed were characterized for specific surface area and particle size. The sintered materials were characterized by apparent density and porosity by the Archimedes method and evaluated for shrinkage and loss of mass. The obtained results showed that further adjustments are needed in the sintering conditions of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG composition with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  in order to improve the densification and shrinkage, which were low, 60% and 3%, respectively. The  $\text{Al}_2\text{O}_3$  with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  addition, on the other hand, presented a satisfactory densification of 96% and shrinkage around 15%.

**Keywords:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , YAG,  $\text{YNbO}_4$ , sintering.

## INTRODUÇÃO

Na década de 90, diversos pesquisadores mostraram que o YAG ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  - Yttrium Aluminum Garnet) é um dos óxidos de maior resistência à fluência em elevadas temperaturas [1, 2]. Além de resistir à vaporização em baixas pressões parciais de  $\text{O}_2$ , o YAG não tem mudança de fase até a temperatura de fusão. Estas características permitem o seu emprego na formação de compósitos cerâmicos/óxidos como matriz ou reforço. Em relação ao  $\text{Al}_2\text{O}_3$  particularmente, o

YAG é quimicamente estável, possui coeficiente de expansão térmica semelhante e forma um eutético a 1826 °C. Isto permite um processamento por fusão [1, 2], tornando o compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG bastante atrativo. O diagrama de fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  [3], mostrado na Fig. 1, é formado pelas fases YAG, YAP ( $\text{YAlO}_3$  - Yttrium Aluminum Perovskite) e YAM ( $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$  - Yttrium Aluminum Monoclinic). As linhas cheias representam o diagrama de equilíbrio, no qual a composição eutética entre 18,5 e 20,5 mol% de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  permite a formação do compósito  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG. Este possui uma temperatura de

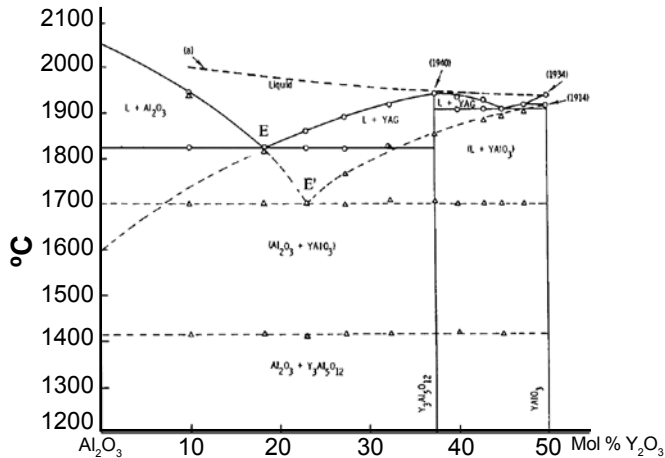


Figura 1: Diagrama de fases do sistema  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  [3].  
[Figure 1: Phase diagram of the system  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  [3].]

fusão de 1826 °C (ponto E). As linhas tracejadas representam a reação eutética metaestável, cuja composição de 23 mol% de  $Y_2O_3$  possibilita obter o compósito  $Al_2O_3$ -YAP (ponto E') [1, 4]. Por meio da mistura de  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  ou YAG pode-se obter, por sinterização ou por fusão, o compósito  $Al_2O_3$ -YAG, onde duas microestruturas podem ser formadas: bifásica ou eutética, respectivamente. O compósito eutético  $Al_2O_3$ -YAG normalmente é fabricado em três diferentes formas: monocristais eutéticos, fibras eutéticas e pós eutéticos, por meio da fusão de pós de  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  ou YAG, sendo estes processos de fabricação complexos e caros [2]. Já a produção do compósito bifásico se dá mediante a sinterização de pós de  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  ou YAG, podendo ser obtido inclusive fora da composição eutética.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Os pós inicialmente utilizados nesta pesquisa foram  $Al_2O_3$ ,  $Y_2O_3$  e  $Nb_2O_5$ . O  $Al_2O_3$  foi do tipo A-1000 SG, Alcoa

Tabela I - Composição eutética da mistura  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ .  
[Table I - Eutectic composition of mixture  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ .]

Mistura $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$	Mol (%)	Massa (g)	Peso (%)
$Y_2O_3$	20,50	46,29	36,35
$Al_2O_3$	79,50	81,06	63,65
Total		127,35	100,00

Alumínio S.A, 99,83% e tamanho médio de partícula 0,41  $\mu m$ .  $Y_2O_3$ , do tipo REO (Alfa Aesar) possui pureza de 99,90% e tamanho médio de partícula de 4,40  $\mu m$ . O  $Nb_2O_5$  usado nesta pesquisa foi do tipo HP 311, produzido pela CBMM (Companhia Brasileira de Mineração e Metalurgia), com pureza 98,50% e tamanho médio de partícula de 9,79  $\mu m$ . Os pós de  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$  foram misturados na composição eutética 63,65% em peso de  $Al_2O_3$  e 36,35% em peso de  $Y_2O_3$ , que na Fig. 1 representa 18,5 e 81,5% mol, de  $Al_2O_3$  e  $Y_2O_3$ , respectivamente, como também pode ser visto na Tabela I. O compósito  $Al_2O_3$ -YAG em pó foi obtido de acordo com metodologia descrita em trabalho anterior [5]. Foram preparadas três misturas:  $Al_2O_3$ -YAG,  $Al_2O_3$ -YAG com 4% em peso de  $Nb_2O_5$  e  $Al_2O_3$  aditivada com 4% em peso de  $Nb_2O_5$ . Os materiais foram homogeneizados e moídos em moinho planetário por 4 h. Após a moagem, foi adicionado aos pós 1,5% em peso do ligante polietilenoglicol. Posteriormente estas amostras foram desaglomeradas, peneiradas e compactadas uniaxialmente à 70 MPa. A sinterização foi realizada a 1400 e 1450 °C, por 2, 3 e 4 h, para os dois primeiros materiais e a 1450 °C, por 3 h, para o terceiro.

A Tabela II apresenta as condições de sinterização da literatura para o compósito  $Al_2O_3$ -YAG. Como pode ser verificado, na maioria das pesquisas as temperaturas de sinterização foram da ordem de 1600 °C utilizando HP em uma faixa de 30 a 300 MPa, em atmosfera de  $N_2$ . Quanto aos aditivos de sinterização, foram empregados somente MgO e

Tabela II - Condições de sinterização do compósito bifásico  $Al_2O_3$ -YAG [5-13].  
[Table II - Sintering of conditions the biphasic composite  $Al_2O_3$ -YAG [5-13].]

Referência	Patamar (°C)	Atmosfera	Sinterização	Aditivo
6	1600	ar	SSS	-
7	1600	vácuo	HP#	MgO
8	1600	ar	SSS	MgO
9	1400	$N_2$	HP (300 MPa)	-
10	1450-1650	$N_2$	HP (30 MPa)	-
11	1400-1650	$N_2$	HP (30 MPa)	-
12	1500	ar	SSS	-
13	1700	vácuo	SSS	*TEOS
5	1400-1450	ar	SSS LPS	- $Nb_2O_5$

# Pressão não determinada, \*tetraetil ortossilicato

Tabela III - Proporção estequiométrica em peso do compósito  $Al_2O_3$ -YAG.[Table III - Stoichiometric proportions in weight of the eutetic composite  $Al_2O_3$ -YAG.]

Composição	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Número de mols	Massa (g)	Peso (%)
$Y_3Al_5O_{12}$	4,53	13,67	81,16	63,70
$Al_2O_3$	3,97	45,33	46,24	36,30
$Al_2O_3$ -YAG	4,45	59,00	127,44	100,00

Tabela IV - Proporção estequiométrica em peso do  $Al_2O_3$  sinterizado com  $Nb_2O_5$ .[Table IV - Stoichiometric proportions in weight of the  $Al_2O_3$  sintered with  $Nb_2O_5$ .]

Composição	Densidade (g/cm <sup>3</sup> )	Número de mols	Massa (g)	Peso (%)
$Al_2O_3$	3,97	1	1,02	94,47
$AlNbO_4$	4,35	2	3,68	5,53
$Al_2O_3$ - $AlNbO_4$	4,03	3	5,72	100,00

TEOS (tetraetil ortosilicato).

As Tabelas III e IV apresentam a densidade teórica e o percentual em peso teórico do compósito  $Al_2O_3$ -YAG e do  $Al_2O_3$  sinterizado com  $Nb_2O_5$ , respectivamente.

A área de superfície específica dos pós como recebidos e processados foi caracterizada em analisador de superfície específica Micromeritics Gemini. As amostras foram secas em estufa (Vac Prep 061) a 150 °C, por 24 h para remover a umidade, e posteriormente desgaseificadas com  $N_2$  a 200 °C, por 3 h.

A análise do tamanho de partícula tanto dos pós como recebidos quanto processados, foi realizada por granulometria a laser, empregando-se um analisador de tamanho de partícula Malvern Hydro 2000 SM. As amostras foram preparadas por meio da adição de 2 mL do diluente hexametáfosfato de sódio para 10 mL de água destilada. Nesta análise, foi utilizado o programa Mastersize 2000 que realiza cinco medidas para obter uma média aritmética na distribuição de 90, 50 e 10% passante ( $d_{90}$ ,  $d_{50}$  e  $d_{10}$ ).

A porosidade e a densidade foram obtidas pelo princípio de Arquimedes, de acordo com a NBR 6220 da ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas), que fornece a porosidade aparente ( $P_a$ ) e a densidade de massa aparente ( $d_{ma}$ ). A porosidade aparente é definida como o quociente do volume dos poros abertos pelo volume aparente, calculado pelo volume do material sólido mais o volume dos poros abertos e fechados. A densidade de massa aparente, por sua vez, é calculada pela razão da massa seca pelo volume aparente. O percentual da densidade teórica foi obtido por meio da razão entre a massa específica e a densidade calculada por meio da regra das misturas com os percentuais em peso das fases determinadas pelo método de Rietveld. Foi usada uma balança do tipo Mettler AE200, precisão  $10^{-4}$  g.

As análises por difração de raios X foram realizadas nos corpos de prova sinterizados, em difratômetro PANalytical X'Pert Pro, radiação  $CuK\alpha$  de comprimento de onda 1,5453 Å, com uma tensão de tubo de 40 kV, corrente de 40 mA e varredura com  $2\theta$  entre 20 e 80°. O tempo de coleta foi 5 s por passo, com 1°, 1° e 0,3° para a fenda incidente, divergente e programável, respectivamente. Os resultados das análises por difração de raios X foram refinados pelo método de Rietveld para a quantificação de fases, usando o programa Topas versão acadêmica. Este método utiliza um algoritmo baseado no ajuste de curvas por mínimos quadrados [14, 15].

Foram medidas as dimensões do diâmetro e da espessura do corpo verde e do corpo sinterizado com um micrômetro com precisão de  $10^{-2}$  mm. Também foi medida a massa do corpo verde e do sinterizado para se verificar a perda percentual de massa.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

A Fig. 2 apresenta a distribuição de área de superfície dos pós como recebidos, da mistura  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  com 1, 30, 60 e 120 min de moagem,  $Al_2O_3$ -YAG e  $Al_2O_3$ -YAG com 4% em peso de  $Nb_2O_5$ , nos tempos de 120 e 240 min. As misturas  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  e  $Al_2O_3$ -YAG apresentaram áreas superficiais crescentes com o aumento do tempo de moagem. A mistura  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$  não apresentou variação de área superficial, provavelmente pelo fato do tempo de moagem não ter sido suficiente para reduzir de forma perceptível o tamanho das partículas de  $Nb_2O_5$ .

Os resultados de distribuição de tamanho de partícula para a mistura  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$  são mostrados na Fig. 3. No tempo de 120 min,  $d_{90}$ , que corresponde a 90% em volume do material passante, foi maior do que nos tempos de 30 e 60 min. Possivelmente, o pó não foi convenientemente preparado podendo ter ocorrido aglomeração durante a análise. O percentual  $d_{50}$  sofreu uma pequena queda com o tempo de moagem, enquanto que  $d_{10}$  praticamente não variou. Por meio de comparação desta técnica com a de BET, é possível perceber que os resultados estão coerentes,

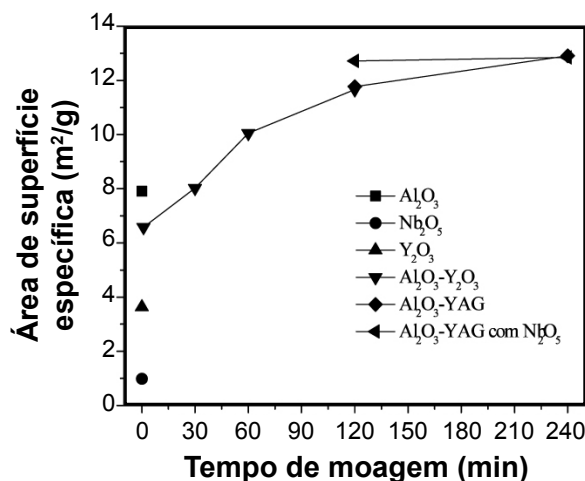


Figura 2: Área de superfície dos pós como recebidos e processados. [Figure 2: Surface area of the as-received and processed powders.]

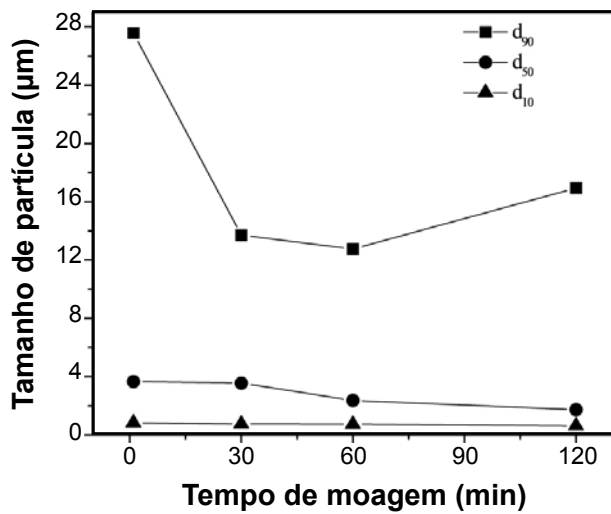


Figura 3: Tamanho de partícula em função do tempo de moagem da mistura  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ .

[Figure 3: Particle size as a function of milling time the mixture  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ .]

ou seja, à medida que o tamanho de partícula diminui, a área de superfície aumenta.

As Figs. 4a e 4b mostram valores passantes para os pós de  $Al_2O_3$ -YAG e  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$ , respectivamente, sendo que o valor de  $d_{90}$  foi maior no tempo de 4 h de moagem nos dois compósitos. Isto pode ter ocorrido devido à aglomeração no momento da análise. Para os passantes  $d_{50}$  e  $d_{10}$ , praticamente não houve variação de tamanho de partícula nos tempos de 2 e 4 h de moagem para os dois materiais.

A Tabela V mostra a quantificação de fases obtida pelo método de Rietveld dos compósitos  $Al_2O_3$ -YAG com e sem

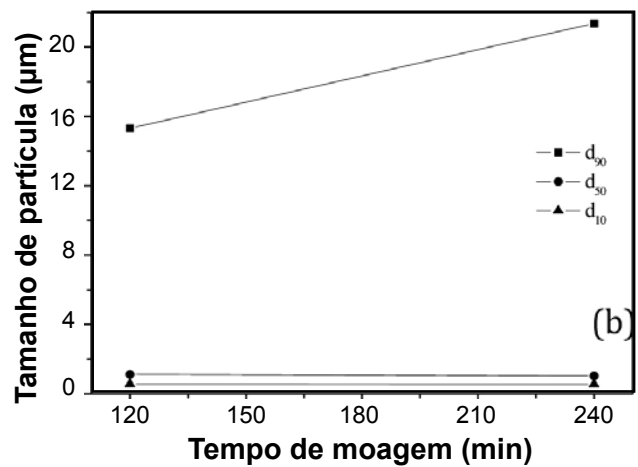
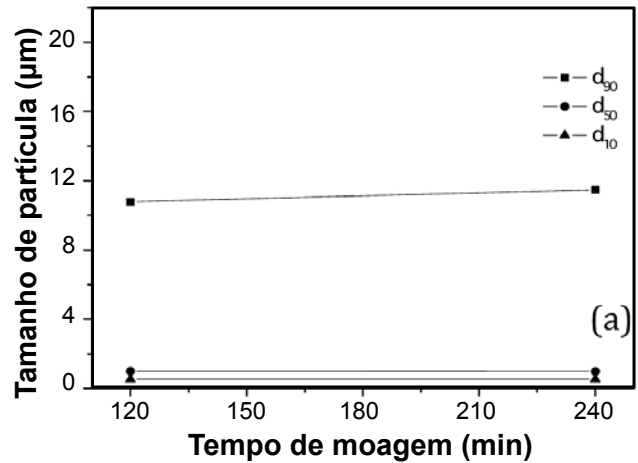


Figura 4: Tamanho de partícula em função do tempo de moagem do compósito a)  $Al_2O_3$ -YAG e b)  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$ .

[Figure 4: Particle size as a function of the milling time of the composite a)  $Al_2O_3$ -YAG and b)  $Al_2O_3$ -YAG with  $Nb_2O_5$ .]

Tabela V - Quantificação de fases pelo método de Rietveld (em peso).

[Table V - Phases quantification by the Rietveld method (in weight).]

Material	tempo (h)	$Al_2O_3$	YAG	$Nb_2O_5$	$YNbO_4$	$AlNbO_4$
$Al_2O_3$ -YAG 1400 °C	2	62,6	37,4	-	-	-
	3	63,4	36,6	-	-	-
	4	62,9	37,1	-	-	-
$Al_2O_3$ -YAG 1450 °C	2	63,3	36,7	-	-	-
	3	62,5	37,5	-	-	-
	4	63,3	36,7	-	-	-
$Al_2O_3$ -YAG com $Nb_2O_5$ 1400 °C	2	64,1	31,5	0,0	4,4	0,0
	3	64,8	30,4	0,0	4,9	0,0
	4	64,6	31,0	0,0	4,4	0,0
$Al_2O_3$ -YAG com $Nb_2O_5$ 1450 °C	2	63,2	30,2	0,0	6,6	0,0
	3	64,4	31,4	0,0	4,3	0,0
	4	63,2	29,7	0,0	7,1	0,0
$Al_2O_3$ com $Nb_2O_5$ 1450 °C	3	97,4	-	1,4	-	1,2

$\text{Nb}_2\text{O}_5$ , sinterizados, por 2, 3 e 4 h, à 1400 e 1450 °C e do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  sinterizado, por 3 h, a 1450 °C. Ela indica também, que o percentual em peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presente nos compósitos situou-se acima de 62%. Este valor é superior ao esperado para este material, de 36,30% em peso, como pode ser observado na Tabela III. Este valor deve-se à aditivção secundária proveniente das bolas de moagem de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  [5, 16], tanto na moagem da mistura inicial quanto na do compósito.

Ainda de acordo com a Tabela V, nas amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  o valor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  encontrado foi de 97,4% em peso, superior à quantidade esperada de 94,47% em peso da Tabela IV. A formação de 1,2% em peso de  $\text{AlNbO}_4$  está abaixo do valor esperado de 5,53% em peso da mesma tabela e restou ainda 1,4% de  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . Em outros trabalhos [17, 18] houve a formação completa do  $\text{AlNbO}_4$ . Possivelmente deveria ter sido empregada uma temperatura de sinterização maior e uma taxa de aquecimento mais lenta, para que todo o  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  pudesse reagir com o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  para a completa formação do  $\text{AlNbO}_4$ . Provavelmente a aditivção secundária oriunda das bolas de moagem de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , citada anteriormente, também tenha contribuído para este valor elevado de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

As Figs. 5a e 5b mostram os gráficos de porosidade aparente

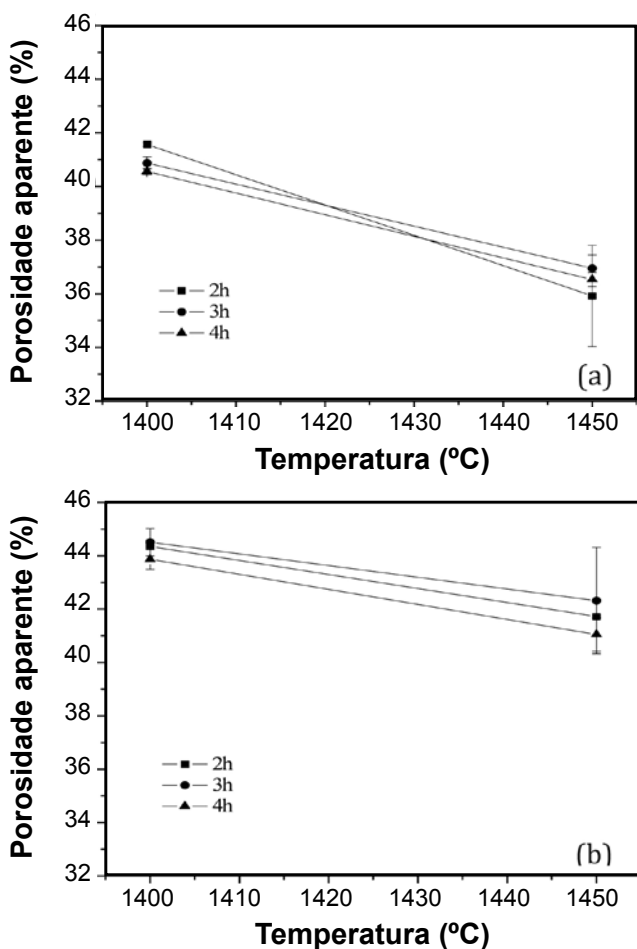


Figura 5: Porosidade aparente do compósito sinterizado a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ .

[Figure 5: Apparent porosity of the sintered composites: a)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG and b)  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ .]

(Pa) em função da temperatura de sinterização dos compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ , respectivamente. Em ambas observou-se um decréscimo na porosidade aparente com o aumento da temperatura. Contudo, a amostra  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  apresentou maiores valores de porosidade, como pode ser visto na Fig. 5b. Este resultado pode ser devido à formação do  $\text{YNbO}_4$ , como pode ser verificado na Tabela V. A redução da porosidade com o aumento de temperatura indica que temperaturas superiores àquelas utilizadas nesta pesquisa poderiam proporcionar uma redução ainda maior.

Nas Figs. 6a e 6b são apresentados os valores de densidade percentual dos compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  e do  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$ . É possível verificar que houve um aumento da densidade com o aumento de temperatura. Além disto, os resultados do segundo compósito apresentam valores de densidade inferiores em relação ao primeiro. Estes dados estão coerentes com aqueles de porosidade, conforme as Figs. 5a e 5b. Por outro lado, o  $\text{Al}_2\text{O}_3$  com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  apresentou densificação satisfatória, de 96% [18] e uma porosidade aparente de 4%.

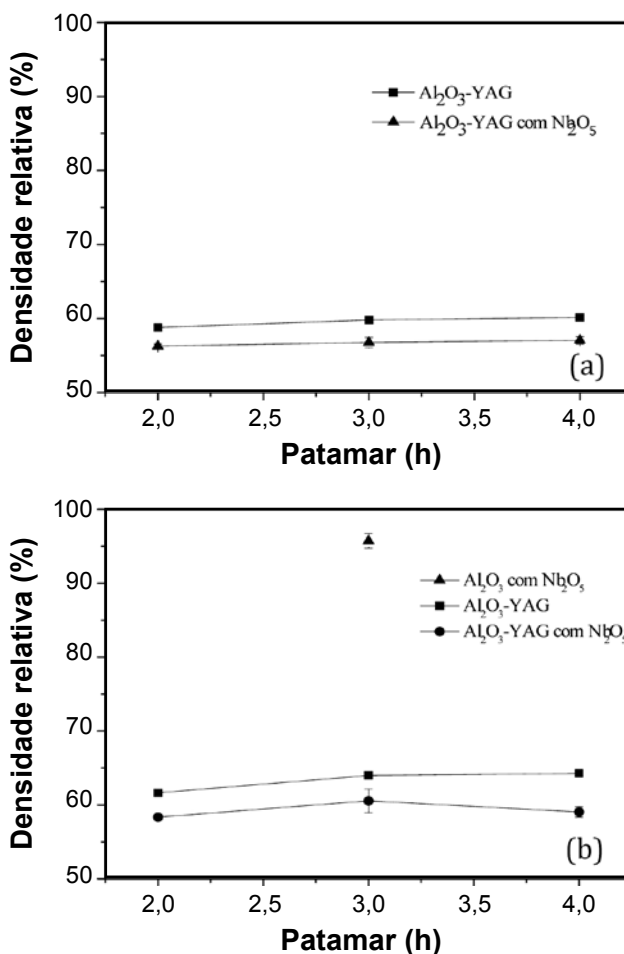


Figura 6: Valores de densidade percentual relativa de Arquimedes em relação à de Rietveld para os compósitos  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG e  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG com  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  sinterizados a 1400 °C (a) e 1450 °C (b).

[Figure 6: Values of percent relative Archimedes density regarding Rietveld analysis of the composite  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG and  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -YAG with  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  sintered at 1400 °C (a) and 1450 °C (b).]

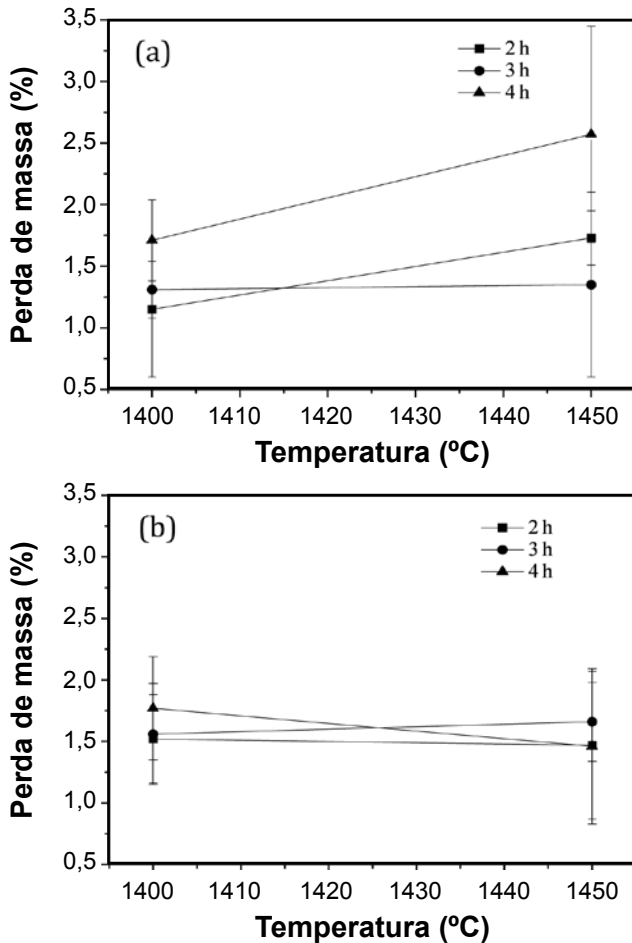


Figura 7: Valores de perda de massa dos compósitos sinterizados (a)  $Al_2O_3$ -YAG e (b)  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$ .

[Figure 7: Values of mass loss of the sintered composites (a)  $Al_2O_3$ -YAG and  $Al_2O_3$ -YAG with  $Nb_2O_5$ .]

Os resultados de retração percentual do diâmetro e da espessura dos compósitos  $Al_2O_3$ -YAG e  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$  apresentaram valores mais significativos em 1450 °C do que em 1400 °C, sendo de 2,5 a 4,5% e de 1,5 a 3,0%, respectivamente. Já para o  $Al_2O_3$  com  $Nb_2O_5$  as retrações foram de 18,8% para o diâmetro e 15,3% para a espessura. A perda de massa para o compósito  $Al_2O_3$ -YAG aumentou, aproximadamente de 1,0 a 2,5% em função da temperatura, como pode ser observado na Fig. 7a; já no compósito  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$  (Fig. 7b) não houve variação de perda de massa com o aumento de temperatura. Possivelmente isto ocorreu devido à pequena variação nos patamares de temperatura de sinterização. Sendo assim, não houve pressão de vapor suficiente para uma variação de perda de massa mais perceptível. Por outro lado, nas amostras de  $Al_2O_3$  com  $Nb_2O_5$  o valor foi de 2,6%, provavelmente pela volatilização do  $AlNbO_4$  [18].

## CONCLUSÕES

Possivelmente a dispersão dos pós para a análise de tamanho de partícula não tenha sido eficiente, pois algumas misturas apresentaram valores de  $d_{90}$  superiores em

maiores tempos de moagem. Assim, para que a medida do tamanho de partícula fosse mais representativa, deveriam ter sido realizadas mais análises. As temperaturas de 1400 e de 1450 °C não foram suficientes para promover uma densificação satisfatória. Contudo, embora a sinterização de  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$  não possua referência na literatura, os resultados indicam que o aumento de temperatura poderia promover uma maior densificação, pelo fato da porosidade percentual média ter sido reduzida com o seu aumento nos dois compósitos. A retração linear do diâmetro e da espessura dos compósitos  $Al_2O_3$ -YAG e  $Al_2O_3$ -YAG com  $Nb_2O_5$  apresentaram pequeno acréscimo em função do aumento do tempo e da temperatura de sinterização, quando comparados com o  $Al_2O_3$  com  $Nb_2O_5$ . A perda de massa dos compósitos não apresentou mudança com o aumento de tempo e temperatura. Porém, para o  $Al_2O_3$  com  $Nb_2O_5$  apresentou variação mais significativa.

## REFERÊNCIAS

- [1] W. Q. Li, L. Gao, *Nanostructured Mater.* **11** (1999) 1073-1080.
  - [2] T. A. Parthasarathy, T. Mah, L. E. Matson, *J. Ceram. Proc. Res.* **5** (2004) 380-390.
  - [3] S. Wang, F. Yamamoto, T. Akatsy, Y. Tanabe, E. Yasuda, *J. Mater. Sci.* **34**, 14 (1999) 3489-3494.
  - [4] Y. Waku, N. Nakagawa, T. Wakamoto, H. Otsubo, K. Shimizu, Y. Kohtoku, *J. Mater. Sci.* **33** (1998) 1217-1225.
  - [5] R. F. Cabral, E. S. Lima, L. H. L. Louro, M. H. Prado da Silva, J. B. Campos, C. R. C. Costa, *Cerâmica* **56**, 338 (2010) 129-134.
  - [6] R. Torrecillas, M. Schehl, L. A. Díaz, J. L. Menéndez, J. S. Moya, *J. Eur. Ceram. Soc.* **27**, 1 (2006) 143-150.
  - [7] H. Wang, L. Gao, *J. Eur. Ceram. Soc.* **27** (2000) 39-43.
  - [8] P. Palmero, A. Simone, C. Esnouf, G. Fantozzi, L. Montanaro, *J. Eur. Ceram. Soc.* **26** (2006) 941-947.
  - [9] W. Q. Li, L. Gao *Nanostructured Mater.* **11** (1999) 1073-1080.
  - [10] H. Wang, L. Gao, *Ceram. Int.* **27** (2001) 721-723.
  - [11] H. Wang, L. Gao, Z. Shen, M. Nygren, *J. Eur. Ceram. Soc.* **21**, 6 (2001) 779-783.
  - [12] L. B. Kong, J. Ma, H. Huang, *Mater. Lett.* **56**, 3 (2002) 344-348.
  - [13] L. Wen, X. Sun, Z. Xiu, S. Chen, C.-T. Tsai, *J. Eur. Ceram. Soc.* **24**, 9 (2004) 2681-2688.
  - [14] R. A. Young, *The Rietveld Method*, 1ª Ed., Orford University Press, USA (2005) p. 5.
  - [15] A. L. Ortiz, F. Sánchez-Bajo, N. P. Padture, F. L. Cumbreira, F. Guiberteau, *J. Eur. Ceram. Soc.* **21**, 9 (2001) 1237-1248.
  - [16] E. S. Lima, L. H. L. Louro, *Braz. J. Morphol. Sci.*, (2005) 316.
  - [17] L. H. L. Louro, A. V. Gomes, C. R. C. Costa, 19<sup>th</sup> Int. Symp. Ballistics, Interlaken, Suíça (2001).
  - [18] W. N. Santos, P. I. Paulin F., R. Taylor, *J. Eur. Ceram. Soc.* **18**, 7 (1998) 807-811.
- (Rec. 08/11/2010, Rev. 27/01/2011, Ac. 08/05/2011)