

## SINTERIZAÇÃO E CARACTERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS DE CARBETO DE NIÓBIO/ALUMINA/ZIRCÔNIA PARCIALMENTE ESTABILIZADA

Raphael Lacerda Ventura

Prof. Dra. Vera Lúcia Arantes

Escola de Engenharia de São Carlos – EESC/USP

rapha.lacerda@usp.br

### Objetivos

O objetivo deste trabalho é desenvolver e caracterizar compósitos cerâmicos de carbeto de nióbio ( $\text{NbC}$ ), alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e zircônia parcialmente estabilizada com ítria ( $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ ), utilizando diferentes técnicas de sinterização para otimizar suas propriedades mecânicas. As amostras serão produzidas por moagem e prensagem isostática, buscando uma mistura homogênea e maior densificação. O estudo compara duas técnicas de sinterização: a convencional e a sinterização por plasma de faísca (*Spark Plasma Sintering - SPS*), para identificar qual proporciona melhores propriedades mecânicas e microestruturais. Serão investigados os efeitos dos parâmetros de sinterização na densificação e na microestrutura. Após a sinterização, as amostras serão avaliadas quanto à dureza e caracterizadas por difração de raios-X, permitindo relacionar os resultados com os métodos de sinterização aplicados e identificar as melhores combinações de materiais e condições de processamento.

### Métodos e Procedimentos

Os procedimentos incluíram a preparação de compósitos de  $\text{NbC}$ ,  $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$  e  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (90%  $\text{NbC}$  e 10% (90% em volume de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e 10% em volume de  $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$ )), com 3% de ligante PVB. A mistura foi moída por 12 horas e prensada uniaxialmente a 215 MPa, seguida de prensagem isostática a 200 MPa. Também foram preparadas amostras de  $\text{NbC}$  puro. As amostras foram sinterizadas convencionalmente até 1600°C com argônio e

por SPS até 1280°C sob vácuo e 50 MPa. Ensaios de densidade aparente, dureza Vickers e difração de raios-X foram realizados para avaliar as propriedades mecânicas e microestruturais, analisando a influência dos parâmetros de sinterização.

### Resultados

Com as amostras sinterizadas, foi realizado o ensaio de densidade de Arquimedes conforme a norma ASTM C20-00(2022), os resultados foram comparados com os valores de densidade teórica (7,22 g/cm<sup>3</sup> para o compósito e 7,81 g/cm<sup>3</sup> para a amostra pura) e podem ser observados na tabela 1.

Tabela 1: Densidade aferida.

Amostra	Método de Sinterização	Densidade aferida (g/cm <sup>3</sup> )	Densidade aparente (%DT)
NbC	SPS	7,6	97,3%
NbC	SC	6,41	82,4%
NbC + $\text{Al}_2\text{O}_3$ + $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$	SPS	5,76	79,8%
NbC + $\text{Al}_2\text{O}_3$ + $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$	SC	6,17	85,4%

As amostras foram submetidas ao ensaio de dureza Vickers na máquina LEICA VHT MOT, onde foram realizadas 10 medições, a tabela 2 mostra os valores médios encontrados para as amostras.

Tabela 2: Dureza aferida.

Amostra	Método de Sinterização	Dureza (HV)
NbC	SPS	1682,13
NbC	SC	1339,13
NbC + $\text{Al}_2\text{O}_3$ + $3\text{Y}-\text{ZrO}_2$	SPS	1092,63

3Y-ZrO <sub>2</sub>		
NbC + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3Y-ZrO <sub>2</sub>	SC	1338

Para a análise de raios-X, foi utilizado radiação Cu-K $\alpha$  ( $\lambda = 1.54184 \text{ \AA}$ ) gerada a 30 kV e 10 mA, sendo que o ângulo de difração  $2\theta$  variou de 20 a 70°. Com os valores obtidos, foi utilizado o software X'Pert Highscore Plus, juntamente com a base de dados *Crystallography Open Database* da universidade de Cambridge para uma análise mais aprofundada sobre as fases presentes na amostra. A tabela 3 detalha um pouco mais sobre as fases encontradas, juntamente com o valor de densidade calculado a partir das fases encontradas.

Tabela 3: Dados ensaio de raios-X.

Amostra	Fases encontradas	Presença das fases (%)	Densidade calculada (g/cm <sup>3</sup> )
NbC-SPS	NbC; Nb <sub>6</sub> C <sub>5</sub>	63; 37	7,795
NbC-SC	NbC; Nb <sub>6</sub> C <sub>5</sub> ; NbO <sub>2</sub>	81; 15; 4	7,728
NbC + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3Y-ZrO <sub>2</sub> - SPS	NbC; ((ZrO <sub>2</sub> )0.89Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )0.11(0.901; Zr <sub>3</sub> O; Al(OH) <sub>3</sub> ; Nb <sub>6</sub> C <sub>5</sub>	68; 2; 2; 15; 13	6,936
NbC + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 3Y-ZrO <sub>2</sub> - SC	Nb <sub>6</sub> C <sub>5</sub> ; ZrO <sub>2</sub> ; NbO <sub>2</sub> ; NbC; AlZr <sub>3</sub> ; AlO; ZrO <sub>2</sub> ; Zr <sub>8</sub> YO <sub>14</sub>	80; 1; 9; 2; 2; 4; 1; 2	7,324

### Conclusões

Os compósitos de NbC com Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 3Y-ZrO<sub>2</sub> sinterizados por SPS apresentaram melhores resultados de densificação e dureza em comparação à sinterização convencional. Embora algumas amostras não tenham atingido a densificação esperada (>90%), os compósitos sinterizados via SPS mostraram propriedades mecânicas superiores, destacando o potencial dessa técnica para otimização de materiais cerâmicos. A difração de raios-X indicou fases secundárias, como Nb<sub>6</sub>C<sub>5</sub> e NbO<sub>2</sub>, que impactaram nas propriedades finais, sugerindo a necessidade de maior controle dos parâmetros de sinterização e condições atmosféricas, especialmente na sinterização convencional. Mesmo com sinais de oxidação nas amostras,

a análise por raios-X não conseguiu identificar com precisão todas as fases, mas os resultados de dureza foram consistentes. A dureza Vickers mostrou que amostras com maior densificação apresentaram valores de dureza mais elevados, confirmando a correlação entre densificação e desempenho mecânico.

### Agradecimentos

Agradeço à Profa. Dra. Vera Lúcia Arantes pela orientação, confiança e paciência. Aos técnicos do laboratório SMM-ESSC-USP, em especial ao João, Pedro e Denílson pela ajuda na realização deste trabalho experimental. Ao CNPq pelo suporte financeiro, em forma de bolsa de estudos. À minha mãe, Ana, meu padrasto, Fausto, e minha namorada, Letícia, que me apoiaram e incentivaram durante o período do projeto. E aos professores que contribuíram para minha formação e puderam auxiliar neste projeto.

### Referências

- ACCHAR, W.; et al. **Sintering behaviour of alumina-niobium carbide composites.** Materials Science and Engineering: A, v. 20, n. 11, p.1765-1769, Outubro, 2000.
- ACCHAR, W.; et al. **Effect of Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> addition on the densification and mechanical properties of alumina-niobium carbide composites.** Ceramics International, v. 27, n. 2, p.225-230, 2001.
- PASOTTI, R. M. R.; BRESSIANI, A. H. A.; BRESSIANI, J. C. **Sintering of alumina-niobium carbide composite.** International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, v. 16, n. 4-6, p.423-427, Jan. 1998.
- RUMBAO, A. H.; BRESSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. **Dureza e Tenacidade à Fratura do Compósito Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. NbC.** In: Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais. 2000.