

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ALFENAS**

**JULIANA PEREIRA DE OLIVEIRA**

**DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE DE FASES À 1300°C DO SISTEMA  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -  
 $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$**

**POÇOS DE CALDAS / MG**

**2023**

**JULIANA PEREIRA DE OLIVEIRA**

**DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE DE FASES À 1300°C DO**

**SISTEMA  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$**

Dissertação como parte dos requisitos para a obtenção de título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pelo Programa de Pós-Graduação em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Alfenas – *campus* Poços de Caldas. Área de concentração: Desenvolvimento, Caracterização e Aplicação de Materiais.

Orientador: Prof. Dr. Alfeu Saraiva Ramos

**POÇOS DE CALDAS / MG**

**2023**

Sistema de Bibliotecas da Universidade Federal de Alfenas

Biblioteca Campus Poços de Caldas

Oliveira, Juliana Pereira de.

Determinação da estabilidade de fases à 1300°C do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$  / Juliana Pereira de Oliveira. - Poços de Caldas, MG, 2023.

79 f. : il. -

Orientador(a): Alfeu Saraiva Ramos.

Dissertação (Mestrado em Ciência e Engenharia de Materiais) -Universidade Federal de Alfenas, Poços de Caldas, MG, 2023.

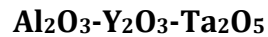
Bibliografia.

1. Diagrama de Fases. 2. Tratamento Térmico. 3. Óxido de Alumínio. 4. Óxido de Ítrio. 5. Pentóxido de Tântalo. I. Ramos, Alfeu Saraiva , orient. II. Título.

Ficha Catalográfica elaborada por Juliana Oliveira

**JULIANA PEREIRA DE OLIVEIRA**

**DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE DE FASES À 1300°C DO SISTEMA**



O Presidente da banca examinadora abaixo assina a aprovação da Dissertação apresentada como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciência e Engenharia de Materiais pela Universidade Federal de Alfenas. Área de concentração: Ciência e Engenharia de Materiais.

Aprovada em: 31 de maio de 2023.

Prof. Dr. Alfeu Saraiva  
Ramos Presidente da  
Banca Examinadora  
Instituição: Universidade Federal de Alfenas

Prof. Dr. Claudinei dos Santos  
Instituição: Universidade do Estado do Rio de Janeiro

Prof. Dr. Bruno Xavier de Freitas  
Instituição: Universidade Federal de Itajubá



Documento assinado eletronicamente por **Alfeu Saraiva Ramos, Professor do Magistério Superior**, em 04/06/2023, às 23:30, conforme horário oficial de Brasília, com fundamento no art. 6º, § 1º, do [Decreto nº 8.539, de 8 de outubro de 2015](#).



A autenticidade deste documento pode ser conferida no site [https://sei.unifal-mg.edu.br/sei/controlador\\_externo.php?acao=documento\\_conferir&id\\_orgao\\_acesso\\_externo=0](https://sei.unifal-mg.edu.br/sei/controlador_externo.php?acao=documento_conferir&id_orgao_acesso_externo=0), informando o código verificador **1007737** e o código CRC **71DE6C1A**.

Aos meus pais, minhas inspirações.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço à Deus, por me guiar em cada passo e sempre me dar força e coragem para sempre correr atrás dos meus maiores sonhos.

Agradeço aos meus pais, Marli e João, por cada incentivo, cada empurrão com sentimento de você consegue, cada palavra, por sempre me ouvirem e por todo amor de todo dia.

Ao Otávio, por todo amor, carinho, apoio e por ser todos ouvidos durante minhas trajetórias.

Ao meu irmão Mateus, por todo companheirismo e amizade. E aos meus queridos amigos, Vitória, Raphael e Nayara, por toda amizade, conversas, apoios, risadas e cumplicidade de anos.

Ao meu orientador Alfeu, por toda compreensão, paciência e incrível sabedoria.

Ao professor Bruno Xavier por toda ajuda durante a execução das técnicas de caracterização de DRX, MEV e EDS. Por todo suporte técnico e pelo auxílio nas ferramentas para que pudessem enriquecer o estudo.

Ao professor Claudinei dos Santos, por toda orientação e conselhos, pela disponibilização da Itria e Alumina.

Agradeço aos professores Claudinei dos Santos e Bruno Xavier pela dedicação, paciência, conhecimentos passados na banca de defesa e orientações para a melhoria.

Ao Instituto Federal de São João, apoio técnico do Denilson Zaidan pelo auxílio durante o tratamento térmico de 150 horas.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais de Lorena, pela disponibilização dos laboratórios e equipamentos que com o apoio do Bruno Xavier se tornaram possíveis termos os resultados para continuação do estudo.

À Universidade Feral de Alfenas, ao Programa de Pós-graduação em Ciência e Engenharia dos Materiais – PPGCEM e a todos professores, por toda base para realização deste trabalho.

Deixo meus sinceros agradecimentos às muitas pessoas que de forma indireta ou diretamente colaboraram para que esse trabalho se tornasse realidade.

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - Brasil (CAPES) - Código de Financiamento 001.

*(...) When I talked about it*

*Carried on*

*Reasons only knew (...)*

Big Me – Foo Fighters



## RESUMO

Cerâmicas do sistema pseudo-ternário  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  apresentam potencial para aplicações em áreas de engenharia devido as propriedades mecânicas de compressão e tenacidade à fratura de cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$  e outras de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  relacionadas com processos catalíticos. No entanto, não foram encontradas na literatura informações sobre a estabilidade de fases no sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ . Dessa forma, a presente dissertação visa a determinação da estabilidade de fases à  $1300^\circ\text{C}$  deste sistema pseudo-ternário. Informações provenientes dos sistemas pseudo-binários correspondentes serão utilizados para uma proposição inicial de possíveis regiões bifásicas e/ou trifásicas. A partir destas informações, diferentes composições químicas, em %-molar, foram consideradas, sendo as misturas de pós de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  homogeneizadas em moinho de bolas por 10 min, utilizando vaso de WC (80mL) e esferas de alumina (10mm de diâmetro), para minimizar a contaminação. Na sequência, pastilhas com 10mm de diâmetro foram compactadas por prensagem uniaxial de 187 MPa. Os compactados à verde das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  foram tratados termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 72 h e 222 h, visando a obtenção de microestruturas de equilíbrio. Amostras de cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas termicamente foram caracterizadas por difratometria de raios X, microscopia eletrônica de varredura e espectrometria por energia dispersiva. Os resultados têm confirmado a existência das regiões trifásicas de  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{+Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9\text{+Y}_3\text{TaO}_7$  e  $\text{YTa}_7\text{O}_{19}\text{+AlTaO}_4\text{+Ta}_2\text{O}_5$ , a partir das composições químicas de 11,11 $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 8,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -80,56 $\text{Y}_2\text{O}_3$  e 16,67 $\text{Al}_2\text{O}_3$ -78,57 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ -4,76 $\text{Y}_2\text{O}_3$  (%-molar), respectivamente.

Palavras-chave: diagrama de fases; tratamentos térmicos; óxido de alumínio; óxido de ítrio; pentóxido de tântalo.

## ABSTRACT

Ceramics of pseudo-ternary  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  system have potential for applications in engineering areas due to the mechanical properties in compression and fracture toughness of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$  ceramics and others  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  ceramics related to catalytic processes. However, no information on the phase stability of the  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  system was found in the literature. Thus, the present research aims to determine the phase stability at  $1300^\circ\text{C}$  of this pseudo-ternary system. Information from the corresponding pseudo-binary systems will be used for an initial proposition of possible biphasic and/or three-phase regions. Based on this information, different chemical compositions, in mol-%, were considered. After weighing, the mixtures of  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  and  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  powders were homogenized in a ball mill for 10 min, using a WC vial (80mL) and alumina balls (10mm in diameter), to minimize their contamination. In sequence, the cylinder samples with 10 mm diameter were prepared by axial pressing of 187 MPa. The green compacts of  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  ceramics were heat-treated at  $1300^\circ\text{C}$  for 72 h and 222 h, aiming to obtain equilibrium microstructures. Samples of heat-treated  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  ceramics were characterized by means of X-ray diffractometry, scanning electron microscopy and energy dispersive spectrometry techniques. The results have confirmed the existence of three-phase  $\text{Y}_2\text{O}_3+\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9+\text{Y}_3\text{TaO}_7$  and  $\text{YT}_7\text{O}_{19}+\text{AlTaO}_4+\text{Ta}_2\text{O}_5$  regions from the  $11.11\text{Al}_2\text{O}_3 - 8.33\text{Ta}_2\text{O}_5 - 80.56\text{Y}_2\text{O}_3$  and  $16.67\text{Al}_2\text{O}_3 - 78.57\text{Ta}_2\text{O}_5 - 4.76\text{Y}_2\text{O}_3$  (mol-%), respectively.

Keywords: phase diagram; heat treatment; aluminum oxide; yttrium oxide; tantalum pentoxide.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1 -	Diagrama de fases $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ .....	23
Figura 2 -	Diagrama de Fases do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ .....	26
Figura 3 -	Diagrama de Fases do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ .....	26
Figura 4 -	Representação esquemática de fases de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .....	27
Figura 5 -	Micrografia da superfície após polimento da amostra da fase $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .....	28
Figura 6 -	Diagrama de fases do sistema $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .....	29
Figura 7 -	Diagrama de fases do sistema $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .....	29
Figura 8 -	Seção isotérmica à $1300^\circ\text{C}$ do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , inicialmente proposta, em função das fases consideradas dos sistemas binários correspondentes.....	32
Figura 9 -	Diagrama de fases do sistema pseudo-ternário proposta para o sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5\text{-Y}_2\text{O}_3$ , com cotas.....	33
Figura 10 -	Fluxograma mostrando as etapas previstas para o desenvolvimento do presente estudo.....	36
Figura 11 -	Pastilhas compactadas das amostras de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ avaliadas neste estudo.....	37
Figura 12 -	Forno utilizado para o tratamento térmico por 72 h das cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ e pseudo-binárias.....	38
Figura 13 -	Forno utilizado para o tratamento térmico adicional de 150 h das cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ e pseudo-binárias.....	39
Figura 14 -	Difratômetro de raios X utilizado neste estudo.....	40
Figura 15 -	Detalhe do goniômetro no interior do difratômetro de raios X...	40
Figura 16 -	Microscópio eletrônico de varredura Hitachi TM-3000 com detector de EDS.....	42
Figura 17 -	Detalhe porta amostras.....	42
Figura 18 -	Difratograma de raios X da amostra 1 após o tratamento térmico à $1300^\circ\text{C}$ por 72h.....	45
Figura 19 -	Difratograma de raios X da amostra 1 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	46

Figura 20 -	Imagem de MEV da amostra 1 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	47
Figura 21 -	Difratograma de raios X da amostra 2 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	49
Figura 22 -	Difratograma de raios X da amostra 2 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	49
Figura 23 -	Imagem de MEV da amostra 2 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	50
Figura 24 -	Difratograma de raios X da amostra 3 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	52
Figura 25 -	Difratograma de raios X da amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	52
Figura 26 -	Imagem de MEV da amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	53
Figura 27 -	Difratograma de raios X da amostra 4 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	56
Figura 28 -	Difratograma de raios X da amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	56
Figura 29 -	Imagem de MEV da amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	57
Figura 30 -	Difratograma de raios X da amostra 5 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	59
Figura 31 -	Difratograma de raios X da amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	59
Figura 32 -	Imagem de MEV da amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	60
Figura 33 -	Difratograma de raios X da amostra 6 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	62
Figura 34 -	Difratograma de raios X da amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	62
Figura 35 -	Imagem de MEV da amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	63

Figura 36 -	Difratograma de raios X da amostra 7 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	65
Figura 37 -	Difratograma de raios X da amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	65
Figura 38 -	Imagem de MEV da amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	66
Figura 39 -	Difratograma de raios X da amostra 8 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	68
Figura 40 -	Difratograma de raios X da amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	68
Figura 41 -	Imagem de MEV da amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	69
Figura 42 -	Difratograma de raios X da amostra 9 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h.....	71
Figura 43 -	Difratograma de raios X da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	72
Figura 44 -	Imagem de MEV da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	72

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 -	Composição química e estruturas formadas em cerâmicas do sistema $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ após solidificação e subsequente tratamento térmico em diferentes temperaturas.....	26
Tabela 2 -	Características químicas das cerâmicas.....	32
Tabela 3 -	Quantidade relativa das fases esperadas para cada amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5\text{-Y}_2\text{O}_3$ (e pseudo-binárias) de acordo com a seção térmica proposta inicialmente.....	35
Tabela 4 -	Composições químicas em %-massa das cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ e pseudo-binárias avaliadas neste estudo.....	36
Tabela 5 -	Massas (g) de $\text{Al}_2\text{O}_3$ , $\text{Y}_2\text{O}_3$ e $\text{Ta}_2\text{O}_5$ utilizadas para a preparação de 1,5 g das cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ e pseudo-binárias avaliadas neste estudo.....	36
Tabela 6 -	Teores elementares (%-at.) das possíveis fases presentes em cerâmicas de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .....	44
Tabela 7 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 1 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	47
Tabela 8 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 1 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	48
Tabela 9 -	Resultados de EDS (%-at.) da amostra 2 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	51
Tabela 10 -	Dados cristalográficos para a amostra 2 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	51
Tabela 11 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 3 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	54
Tabela 12 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 3 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	54
Tabela 13 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 4 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	57
Tabela 14 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 4 tratada termicamente à $1300^\circ\text{C}$ por 222 h.....	58

Tabela 15 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	60
Tabela 16 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	61
Tabela 17 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	63
Tabela 18 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	64
Tabela 19 -	Resultados obtidos por EDS para amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	66
Tabela 20 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	67
Tabela 21 -	Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	70
Tabela 22 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	70
Tabela 23 -	Resultados de EDS (%-at.) da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	73
Tabela 24 -	Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h.....	73

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

°C	Graus Celsius
Al	Alumínio
d	Distância entre planos de rede
DEMAR	Departamento de Engenharia de Materiais
DRX	Difratometria de raios X
EDS	Espectroscopia de Energia Dispersiva
EEL	Escola de Engenharia de Lorena
g	Gramas
ICT	Instituto de Ciência e Tecnologia
kgf	Quilograma força
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
min	Minuto
mm	Milímetro
mol	Molar
O	Oxigênio
Pa	Pascal
MPa	Mega Pascal
Ta	Tântalo
Y	Ítrio
WC-Co	Carbeto de Tungstênio - Cobalto
$\Theta$	Ângulo de difração



## SUMÁRIO

<b>1</b>	<b>INTRODUÇÃO</b> .....	18
<b>2</b>	<b>OBJETIVOS</b> .....	21
2.1	OBJETIVO GERAL.....	21
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	21
<b>3</b>	<b>REVISÃO BIBLIOGRÁFICA</b> .....	22
3.1	ÓXIDO DE ALUMÍNIO ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).....	22
3.2	ÓXIDO DE ÍTRIO ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) .....	23
3.3	PENTÓXIDO DE TÂNTALO ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ).....	23
3.4	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ .....	24
3.5	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ .....	28
3.6	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ .....	29
3.7	DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ .....	31
<b>4</b>	<b>MATERIAIS E MÉTODOS</b> .....	32
4.1	DETERMINAÇÕES DAS COMPOSIÇÕES.....	32
4.2	PROCESSAMENTO.....	37
4.3	CARACTERIZAÇÕES .....	39
<b>5</b>	<b>RESULTADOS E DISCUSSÕES</b> .....	45
5.1	AMOSTRA 1 (11,11 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 8,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 80,56 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar) .....	45
5.2	AMOSTRA 2 (11,11 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 25,00 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 63,89 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar) .....	49
5.3	AMOSTRA 3 (27,78 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 16,67 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 55,56 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar).....	52
5.4	AMOSTRA 4 (33,33 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 33,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 33,33 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar) .....	56
5.5	AMOSTRA 5 (16,67 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 58,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 25,00 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar) .....	59
5.6	AMOSTRA 6 (16,67 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 70,23 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 13,10 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar) .....	62
5.7	AMOSTRA 7 (16,67 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 78,57 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 4,76 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar).....	65
5.8	AMOSTRA 8 (54,16 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 16,67 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 29,17 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar).....	68

5.9	AMOSTRA 9 (70,83Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 16,67Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub> - 25,00Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub> %-molar).....	71
6	<b>CONCLUSÕES</b> .....	75
7	<b>SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS</b> .....	76
	<b>REFERÊNCIAS</b> .....	77

## 1 INTRODUÇÃO

Todos os passos da vida do ser humano são influenciados pelos materiais, sendo em algumas áreas de maior ou menor atuação, e a evolução da sociedade está ligada ao potencial de produzir ou transformar materiais para que estes supram suas necessidades. Inicialmente, esses materiais eram limitados aos que ocorriam naturalmente, como argila ou pedra, por exemplo. Com a descoberta de novas técnicas, tornou-se possível ter novos materiais disponíveis, com propriedades superiores, os quais abrangiam cerâmicas e alguns metais. Além disso, observou-se que as propriedades de um material poderiam sofrer alterações através da adição de novas composições e do tratamento térmico, possibilitando que um material tivesse uma aplicação específica de acordo com suas características, tornando-se um processo de seleção. Através do conhecimento acumulado ao longo dos anos, temos condições de moldar e adquirir as propriedades de um material de forma a atender às necessidades da sociedade nas mais diversas áreas, como metais, vidros, fibras ou plásticos.

A busca pelo desenvolvimento nos campos científicos e/ou tecnológicos é um desafio incessante, sempre se busca aperfeiçoar as propriedades dos materiais. Para as áreas de tecnologia e indústria, os óxidos de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ), assim como o pentóxido de tântalo ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ), são conhecidos devido às suas propriedades, como alto ponto de fusão e algumas características específicas que os tornam interessantes.

O óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) pode existir tanto na fase estável quanto na fase metaestável, onde suas propriedades físicas e químicas estão associadas ao método de obtenção realizado. Em relação às suas propriedades, além da dureza, o óxido de alumínio possui alta refratariedade, estabilidade química e resistência à corrosão. Sua síntese pode ocorrer por meio de alguns métodos químicos, o que auxilia no controle das características desejáveis do material, tanto física quanto quimicamente. Para ser sintetizado, é necessário atingir altas temperaturas devido ao seu alto ponto de fusão, e para amenizar esse efeito, podem-se utilizar aditivos durante o processo (AUERKARI, 1996). Esse óxido possui uma ampla variedade de produtos e aplicações, podendo ser utilizado na indústria química, como catalisador, no tratamento de água e esgoto, em pastas de dente e cosméticos. Além disso, é

aplicado na indústria eletrônica, sendo utilizado em velas de ignição e como isolante elétrico.

O óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ) possui propriedades que o tornam interessante para aplicação na ciência biotecnológica. Também apresenta estabilidade química, alto ponto de fusão e resistência à corrosão. Sua aplicação no campo tecnológico se deve principalmente à baixa influência nos efeitos do campo ligante e do ambiente químico, decorrente da ausência de níveis eletrônicos em sua região do ultravioleta ao infravermelho (SHEN, 2013).

O pentóxido de tântalo ( $Ta_2O_5$ ) tem chamado bastante atenção devido às suas propriedades químicas, catalíticas e ópticas, o que possibilita aplicações no campo tecnológico. Assim como o óxido de alumínio ( $Al_2O_3$ ) e o óxido de ítrio ( $Y_2O_3$ ), ele também possui alto ponto de fusão, o que o torna um material refratário e quimicamente inerte (MAKOVECA, 2006).

Microestruturas se desenvolvem quando ocorre a transformação de fases, a qual é desencadeada pela alteração da temperatura. Isso pode resultar na transição de uma fase para outra, assim como no surgimento ou desaparecimento delas.

Para compreender a aplicação de um material em altas temperaturas, é necessário analisar sua estabilidade de fases. Um sistema está em equilíbrio quando sua energia livre atinge um valor mínimo para uma combinação específica de temperatura, pressão e composição. Isso significa que as características do material não mudam com o tempo, mas permanecem constantes, indicando que ele está estável. As informações sobre a microestrutura de um sistema são apresentadas através do diagrama de fases, uma ferramenta importante para prever transformações de fases.

O diagrama de fases desempenha um papel fundamental na engenharia, fornecendo informações sobre o comportamento dos materiais em diferentes condições. Existem várias razões para seu uso, tais como compreender as transições de fases, identificar as condições ideais de temperatura e pressão para alcançar uma determinada fase ou evitar transformações indesejadas. Isso é relevante em processos de separação, destilação, cristalização, entre outros. Além disso, o diagrama orienta a garantia de qualidade e consistência dos materiais produzidos. Em resumo, ele desempenha um papel fundamental em diversos controles e análises, permitindo compreender e manipular o comportamento dos materiais em diferentes composições termodinâmicas, o que possibilita tomadas de decisões e otimizações

de suas aplicações. No entanto, não foram encontradas informações na literatura sobre a estabilidade de fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .

## 2 OBJETIVOS

### 2.1 OBJETIVO GERAL

Neste contexto, este estudo tem como objetivo a investigação da estabilidade de fases a 1300°C de cerâmicas do sistema pseudo-ternário  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .

### 2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Para o desenvolvimento do presente estudo, tem-se os seguintes objetivos específicos:

- a) Selecionar algumas composições químicas de cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , que possam representar regiões bifásicas ou trifásicas;
- b) Obter microestruturas homogêneas de cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , a partir dos parâmetros adotados durante as etapas de homogeneização, prensagem e tratamento térmico após 72 h e 222 h;
- c) Identificar as fases presentes em cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas à 1300°C por 72 horas e 222 h, com o auxílio de técnicas de difratometria de raios X, microscopia eletrônica de varredura e espectrometria por dispersão de energia;

### 3 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Os estudos relacionados à determinação de diagramas de fases têm contribuído para a identificação de novas fases (ou compostos) que possibilitam o desenvolvimento de novos materiais. Óxidos simples e complexos encontram vastos campos de aplicação em muitos ramos da indústria. Para a determinação de uma seção isotérmica de um sistema ternário, como é o caso do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , as informações provenientes de seus sistemas binários correspondentes são importantes.

#### 3.1 ÓXIDO DE ALUMÍNIO ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

Dentre as cerâmicas consideradas avançadas, o óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) é uma das mais utilizadas devido ao seu bom desempenho em relação a resistência de uso, a alta dureza e a resistência a corrosão e um bom custo-benefício. Além de apresentar uma boa combinação com as propriedades, elétricas ou mecânicas, podendo ter diferentes aplicações. Este óxido ainda pode ser produzido com vários graus de purezas podendo formar outros compostos, o que se pode aprimorar suas propriedades de modo geral.

A alumina possui diversas configurações cristalográficas e, na presença de água ou umidade, pode dar origem a diferentes tipos de óxidos hidratados ou hidróxidos, a depender das circunstâncias (RODRIGUEZ, 2003). Podem ainda existir várias fases cristalográficas distintas, caracterizadas por isômeros diferentes e esses compostos podem ser encontrados tanto em estruturas cristalinas quanto amorfas.

O óxido de alumínio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) apresenta diferentes estruturas cristalinas dependendo das condições de síntese e temperatura. As duas estruturas cristalinas mais comuns do óxido de alumínio são: Coríndon ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ): É a forma mais estável do óxido de alumínio à temperatura ambiente. A estrutura cristalina do coríndon é do tipo rômica, com um arranjo hexagonal compacto dos átomos de oxigênio e átomos de alumínio ocupando octaedros intersticiais. Possui uma alta dureza e é utilizado em aplicações como abrasivos, cerâmicas e revestimentos protetores. A alumina gama ( $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) é uma forma metaestável do óxido de alumínio que se forma em altas temperaturas (maior a  $1200^\circ\text{C}$ ) e pressões. A estrutura cristalina do  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  é cúbica, com um empilhamento desordenado de camadas de octaedros de alumínio e átomos

de oxigênio. Essa estrutura oferece uma maior área de superfície específica e é utilizada em catalisadores, suportes catalíticos, pigmentos e como material de enchimento. Além dessas estruturas, o óxido de alumínio pode apresentar outras fases cristalinas, como a fase delta ( $\delta\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) e a fase épsilon ( $\epsilon\text{-Al}_2\text{O}_3$ ), que são menos comuns e estão associadas a condições específicas de síntese e temperaturas elevadas (DIGNE *et al.*, 2002).

### 3.2 ÓXIDO DE ÍTRIO ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ )

O óxido de ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) é gerado pelo processamento de minérios onde há grande quantidade de elementos lantanídeos, estes elementos são os conhecidos terras raras. Nos últimos anos este elemento vem ganhando espaço na tecnologia com suas aplicações, isto é, devido a sua adequação nos processos de purificação de óxidos cerâmicos, assim como suas propriedades químicas e físicas como a estrutura cristalina cúbica, alto valor de refração, condutividade térmica no seu estado de pureza e ponto de fusão.

Do ponto de vista estrutural, o óxido de ítrio possui uma estrutura cristalina cúbica. A disposição dos átomos de ítrio e oxigênio na rede cristalina contribui para suas propriedades físicas e químicas, como alta estabilidade térmica e condutividade iônica (ZUEV, 2000).

### 3.3 PENTÓXIDO DE TÂNTALO ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ )

As propriedades do pentóxido de tântalo ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ) dependem do seu grau de pureza, que está relacionado com a presença de carbono, oxigênio e nitrogênio que, até em pequenas concentrações, causam mudanças em suas propriedades.

Do ponto de vista estrutural, o óxido de tântalo possui uma estrutura cristalina na fase ortorrômbica. Consiste em átomos de tântalo e oxigênio organizados em uma rede cristalina, com parâmetros de rede específicos. Essa estrutura cristalina contribui para suas propriedades físicas e químicas (NAMUR, 2014).

Além do pentóxido de tântalo, outros óxidos de tântalo podem ser formados, como o monóxido de tântalo ( $\text{TaO}$ ) e o dióxido de tântalo ( $\text{TaO}_2$ ), dependendo das condições de síntese e temperatura.

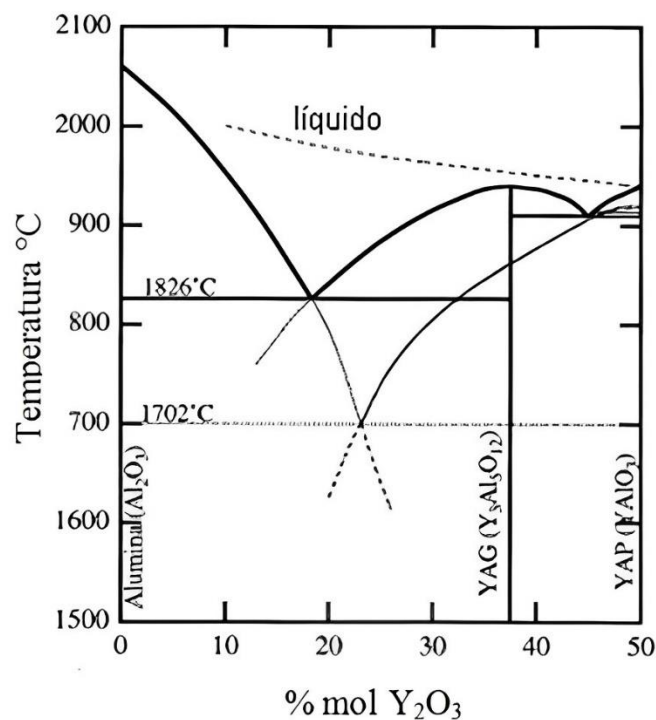


Em resumo, o óxido de tântalo ( $Ta_2O_5$ ) é um composto químico importante, amplamente utilizado em aplicações eletrônicas e como revestimento protetor devido às suas propriedades elétricas, resistência à corrosão e estrutura cristalina característica. É um material essencial na indústria de dispositivos eletrônicos de alta tecnologia (DIGNE *et al.*, 2002).

### 3.4 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$

As seguintes fases sólidas estáveis estão presentes no diagrama de fases parcial do sistema  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ , conforme está mostrado na figura 1:  $Al_2O_3$ ,  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG),  $YAlO_3$  (YAP) e  $Y_2O_3$  (SEPULVEDA, 1997).

Figura 1 - Diagrama de fases  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$



Fonte: Sepulveda (1997, p. 3022).

Na figura 1, as linhas contínuas representam as regiões com resultados considerados corretos como, por exemplo, na reação eutética à 1826°C envolvendo as fases  $Al_2O_3$  e YAG, enquanto as linhas pontilhadas representam o patamar eutético à 1702°C entre as fases  $Al_2O_3$  e YAP, apontando alguma incerteza (SEPULVEDA, 1997). Dessa forma, em seu estudo, Sepulveda (1997) reportou sobre a possibilidade da existência da fase YAG metaestável, que se decompõe em baixas temperaturas. Em seu estudo, Sepulveda (1997) ainda confirmou a existência das fases sólidas

intermediárias:  $Y_3Al_5O_{12}$  (YAG),  $YAlO_3$  (YAP) e  $Y_4Al_2O_9$  (YAM), que são formadas por transformações congruentes.

No estudo de Abell (1974), relatou-se a existência de três fases intermediárias no sistema  $Al_2O_3$ - $Y_2O_3$ : YAG, YAP e YAM, conforme ilustrado na figura 2, que são formadas por transformações congruentes para as relações molares  $Y_2O_3:Al_2O_3$  de 3:5 (YAG), 1:1 (YAP) e 2:1 (YAM), respectivamente. Além disso, houve relatos que a fase YAG possui uma estrutura cúbica de face centrada e é a única fase estável do sistema, enquanto o YAP é uma fase metaestável. Além disso, como descrito por Toropov (1969), o YAP é formado a partir de uma fração molar de  $Y_2O_3:Al_2O_3$  de 2:1 e se torna líquido a  $1875^\circ C$ , além de possuir uma faixa de estabilidade onde é decomposto em YAM e YAG, ocorrendo em aproximadamente  $1835^\circ C$ . Neste trabalho, foi proposto um diagrama de fases para o sistema pseudo-binário  $Y_2O_3$ - $Al_2O_3$  contendo um composto intermediário estável, YAG, e duas fases metaestáveis, YAP e YAM (ABELL *et al.*, 1974).

A Tabela 1 mostra as composições químicas e as estruturas cristalinas formadas após solidificação e subsequente tratamento térmico em diferentes temperaturas. Assim, foram confirmadas as regiões monofásicas e bifásicas ( $Al_2O_3$ +YAG, YAG+YAP, YAP+YAM e YAM+ $Y_2O_3$ ).

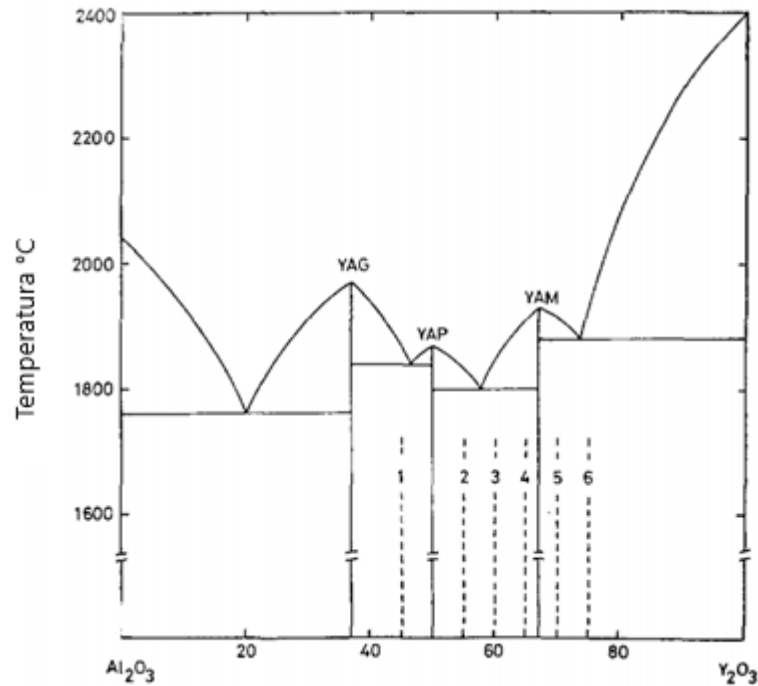
Tabela 1 - Composição química e estruturas formadas em cerâmicas do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$  após solidificação e subsequente tratamento térmico em diferentes temperaturas

	Composição $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Al}_2\text{O}_3$	Fases à temperatura ambiente			Temperatura de estabilidade e fases
		Triturado	Depois do recozimento	Condições do recozimento	
YAG	37,5 : 62,5	YAG	YAG	2h, 1600°C	YAG - 1500°C
1	45 : 55	YAG + YAP	YAG + X + YAP (4 linhas)	2h, 1600°C	YAG + YAP 1380°C
YAP	50 : 50	YAP	YAG + X + YAP	2h, 1600°C	YAP + YAG + (X) 1500°C
2	55 : 45	YAP + YAM	YAP + YAM + YAG (3 linhas)	2h, 1600°C	YAP + YAM 1460°C
3	60 : 40	YAM + YAP	YAM + YAP + YAG (1 linha)	2h, 1600°C	YAM + YAP 1500°C
4	65 : 35	YAM + YAP	YAM + YAP + YAG (1 linha)	2h, 1600°C	YAM + YAP + YAG 1510°C
YAM	66,7 : 33,3	YAM	YAM + YAG + X (1 linha)	2h, 1600°C	YAM + YAG 1500°C
5	70 : 30	YAM + $\text{Y}_2\text{O}_3$	YAM	19h, 1500°C	YAM + $\text{Y}_2\text{O}_3$ 1425°C
6	75 : 25	YAM + $\text{Y}_2\text{O}_3$	YAM + $\text{Y}_2\text{O}_3$	19h, 1500°C	YAM + $\text{Y}_2\text{O}_3$ 1525°C

Fonte: Adaptado de Abell (1974, p. 530).

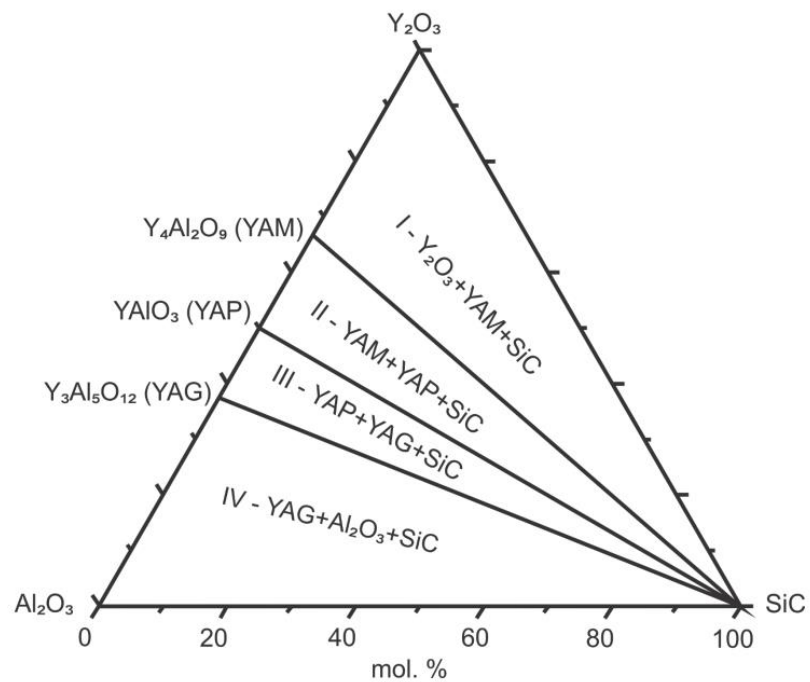
Em estudos realizados por Mizuno (1967), conclui-se que um composto com fusão congruente se torna estável a 1600°C. Porém, a metaestabilidade desta fase em pós foi confirmada em estudos de difratometria de raios X, com uma decomposição térmica ocorrendo para temperaturas superiores a 1300°C.

No trabalho de Jiang *et al.* (2016), somente a fase YAP foi confirmada após aquecimento ao ar a 1700°C por 2 h, de misturas de pós de  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{:Al}_2\text{O}_3$  de 1:1. A fase YAP se tornou estável à 1450°C, onde nenhuma transformação de fase ocorreu após aquecimento à 1450°C por 5 h. A figura 2 mostra o diagrama de fases proposto por Abell (1974), na figura temos indicado os pontos de 1 a 6 que representam as composições deste estudo (descritas na tabela 1).

Figura 2 - Diagrama de Fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ 

Fonte: Abell (1974, p. 530).

Em estudos envolvendo misturas de pós de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiC}$  (JIANG *et al.*, 2016), as fases YAM, YAP e YAG, foram relatadas em equilíbrio com as fases terminais de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e/ou SiC, conforme está ilustrado na figura 3.

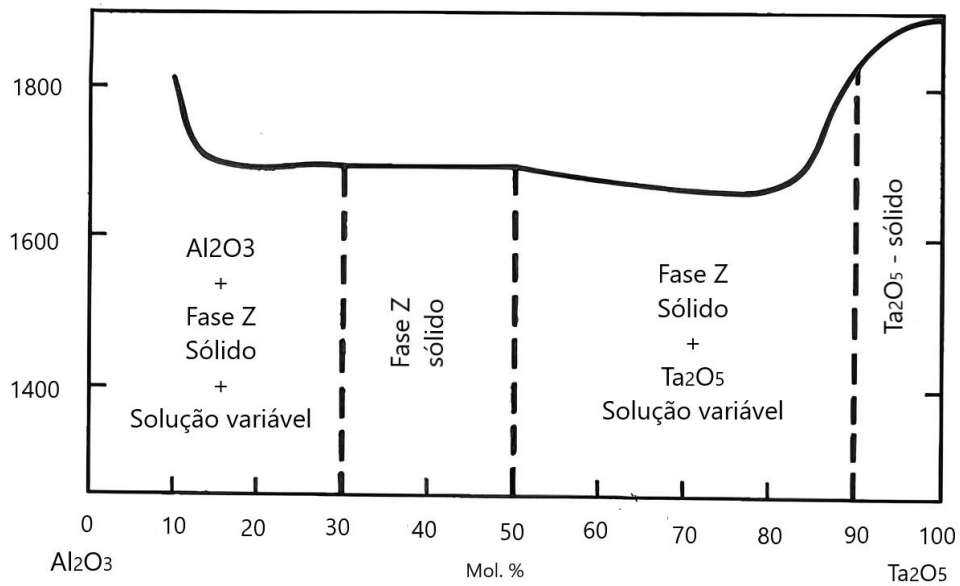
Figura 3 - Diagrama de Fases do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-SiC}$ 

Fonte: Jiang (2016, p. 25).

### 3.5 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$

A figura 4 mostra uma ilustração representativa do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ . As seguintes fases sólidas foram relatadas neste estudo:  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ . Além disso, notou-se que ocorre a formação da fase sólida quando a temperatura é superior a  $1600^\circ\text{C}$ , e quando a temperatura do sistema está abaixo, os dois óxidos precursores podem ser formados, dependendo da composição adotada (TONELLO, 2013).

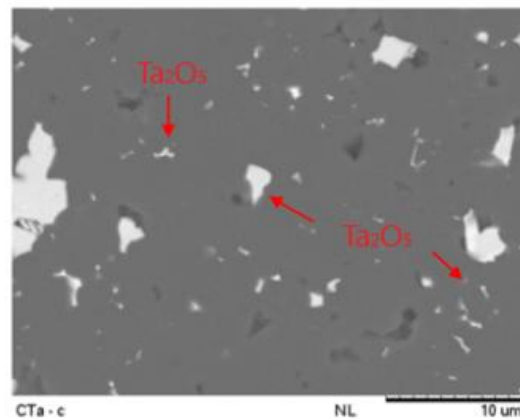
Figura 4 - Representação esquemática de fases de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$



Fonte: Adaptado de Tonello (2013, p. 73).

Nestes estudos, análises das microestruturas contribuíram para a identificação de fases, tendo em vista a limitação inerente da técnica de difratometria de raios X. A micrografia da figura 5 mostra regiões que foram relacionadas com a fase sólida, além da presença de óxido de tântalo nos contornos de grãos da alumina.

Figura 5 - Micrografia da superfície após polimento da amostra da fase  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$

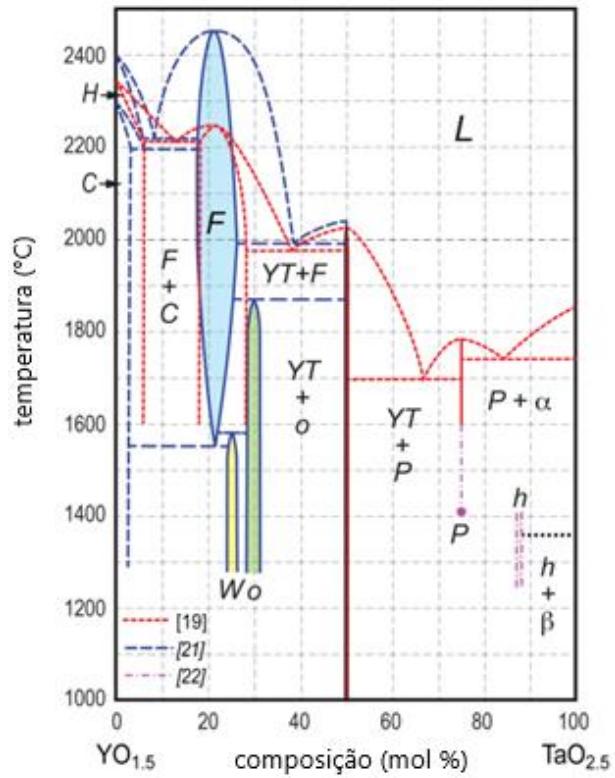


Fonte: Adaptado de Tonello (2013, p. 74).

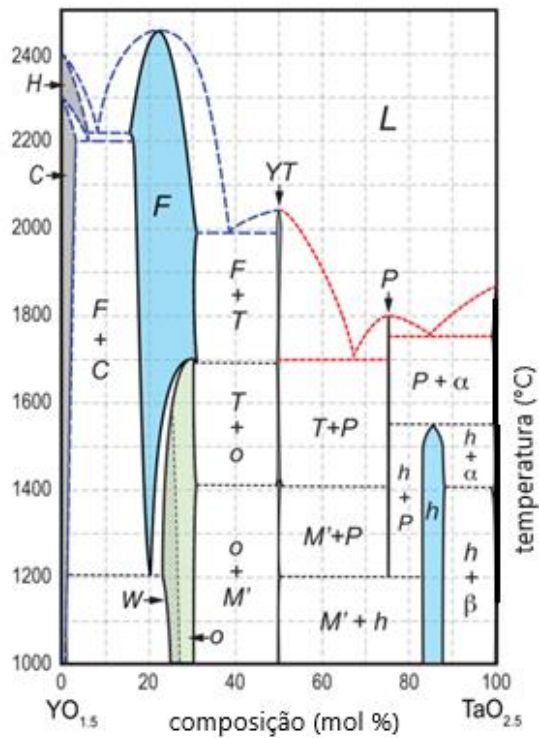
De acordo com Zuev (2000), em cerâmicas do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , o aquecimento com diferentes composições sob várias temperaturas e tempos foi necessário para que as reações pudessem acontecer, para atingir a estabilidade de fases entre  $1300^\circ\text{C}$  e  $1350^\circ\text{C}$ , enquanto para algumas amostras que foram aquecidas até  $1450^\circ\text{C}$  não foram notadas mudanças significativas na relação das fases.

### 3.6 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$

As figuras 6 e 7 mostram diagramas de fases do sistema  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , relatados por Yokogawa (1997) e Vasil'ev (1979), respectivamente. De acordo com os resultados de Vasil'ev, a solubilidade de  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  no  $\text{Y}_2\text{O}_3$  é próximo de 5%-mol, enquanto de 1,5%-mol de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  no  $\text{Ta}_2\text{O}_5$ .

Figura 6 - Diagrama de fases do sistema  $Y_2O_3-Ta_2O_5$ 

Fonte: Vasil'ev (1979, p. 55).

Figura 7 - Diagrama de fases do sistema  $Y_2O_3-Ta_2O_5$ 

Fonte: Vasil'ev (1979, p. 55).

Os estudos mostraram que existe uma região com menor temperatura de fusão localizada em patamar eutético (formado pelas fases denominadas como YT e P) de 1700°C e com composição eutética para cerâmicas contendo cerca de 67%-molar de Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (BONDAR, 1973). Em ambos os diagramas de fases propostos, a fase YT (YT<sub>2</sub>O<sub>4</sub>) é estequiométrica, enquanto as fases F e P são estáveis; ou seja, se decompõem em baixas temperaturas.

Ainda de acordo com estudos de Yokosawa (1997), as composições binárias de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> que foram sinterizadas a partir de pós precursores, atingiram as condições de equilíbrio entre 1250°C a 1600°C mediante tratamentos térmicos realizados com o tempo variando entre 48 à 400 h. A existência da fase F e sua região de solubilidade foi determinada a partir de investigações das composições de 72Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-28Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e 75Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-25Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> (%-molar).

### 3.7 DIAGRAMA DE FASES DO SISTEMA Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>

Não foram encontradas na literatura informações sobre as transformações de fases de cerâmicas de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Dessa forma, o presente projeto de pesquisa visa a determinação da estabilidade de fases à 1300°C deste sistema pseudo-ternário.



## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1 DETERMINAÇÕES DAS COMPOSIÇÕES

Para a preparação das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , foram utilizadas matérias-primas de alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) e o óxido de ítrio ( $\text{Y}_2\text{O}_3$ ) fornecidas pela Sigma Aldrich, enquanto o óxido de tântalo ( $\text{Ta}_2\text{O}_5$ ) foi fornecido pela AMG-Brasil. As características químicas das matérias-primas estão apresentadas na Tabela 2, exceto para o  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  que não foram encontradas e disponibilizadas pelo fornecedor.

Tabela 2 - Características químicas das cerâmicas

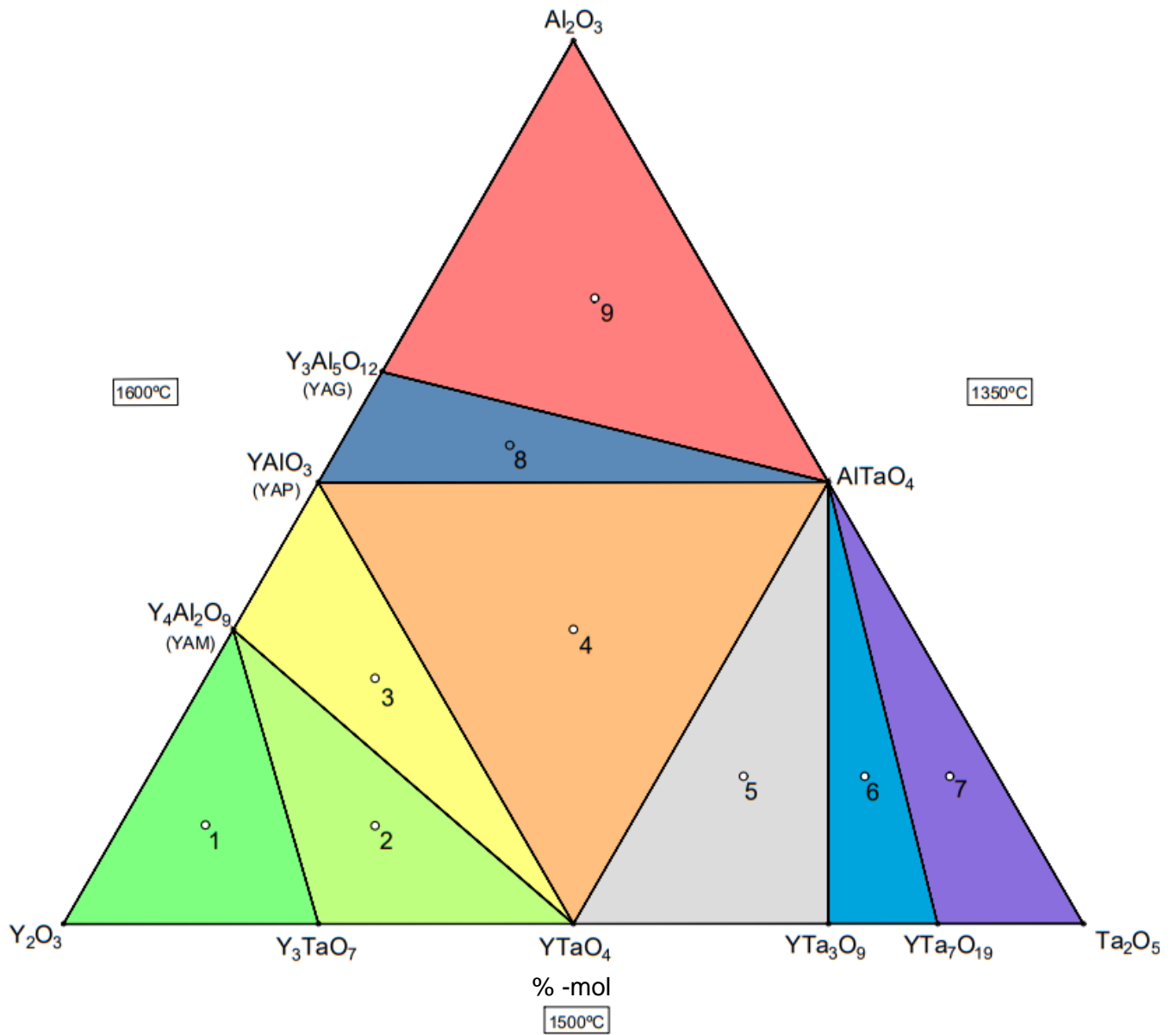
Elemento	Composição química (%)	Área específica de superfície ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	Densidade ( $\text{g}/\text{cm}^3$ )
$\text{Y}_2\text{O}_3$	99,9	12,80	5,01
$\text{Al}_2\text{O}_3$	99,8	7,80	3,98
$\text{Ta}_2\text{O}_5$	-	-	-

Fonte: Autor, 2023.

Com base nas informações dos sistemas binários  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  a  $1300^\circ\text{C}$ , foram consideradas as seguintes fases para a seção isotérmica:  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}\alpha$ ,  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  (YAG),  $\text{YAlO}_3$  (YAP),  $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$  (YAM),  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$ ,  $\text{YTaO}_4$ ,  $\text{YTa}_3\text{O}_9$ ,  $\text{YTa}_7\text{O}_{19}$ ,  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  e  $\text{AlTaO}_4$ . A figura 8 apresenta a seção isotérmica proposta inicialmente, onde as regiões triangulares representam regiões trifásicas e as linhas representam possíveis campos bifásicos. Neste diagrama de fases, os pontos de 1 a 9 foram posicionados no centro de cada região trifásica e representam as composições químicas adotadas neste estudo para investigação. Essas composições foram escolhidas de forma a permitir a formação significativa de cada fase, facilitando assim sua identificação na microestrutura das cerâmicas. Neste contexto, a figura 9 mostra a seção isotérmica a  $1300^\circ\text{C}$  do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , contendo as distâncias relativas das composições químicas adotadas para cada amostra, em cada região trifásica, com uma quantidade relativa de fases de 33,33% molar.

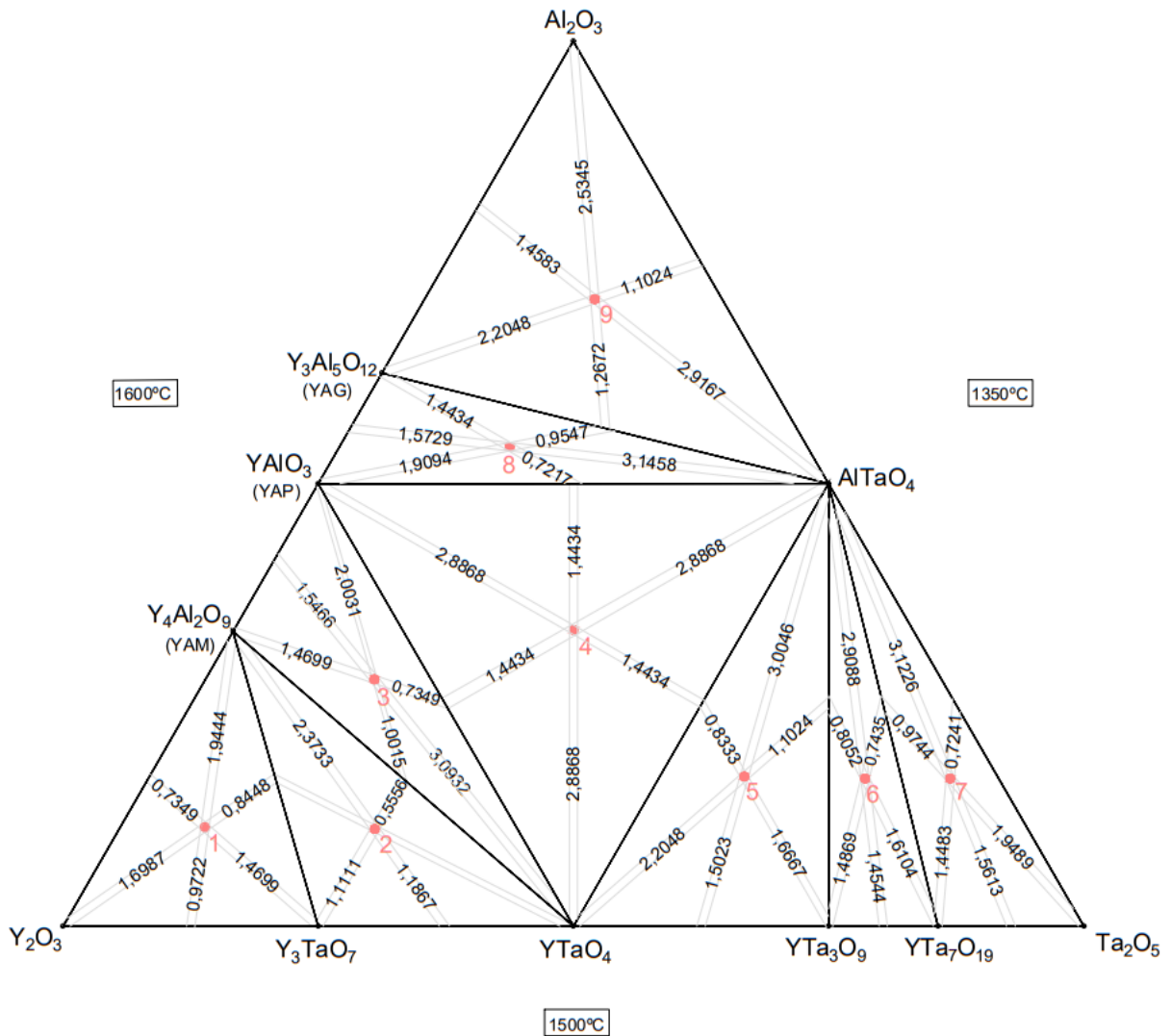
Diante da limitação de informações na literatura, as amostras de 10 a 14 também foram investigadas. Essas amostras estão relacionadas com cerâmicas dos diagramas pseudo-binários que compõem o diagrama de fases pseudo-ternário em estudo.

Figura 8 - Seção isotérmica à 1300°C do sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , inicialmente proposta, em função das fases consideradas dos sistemas binários correspondentes



Fonte: Autor, 2023.

Figura 9 - Diagrama de fases do sistema pseudo-ternário proposta para o sistema  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5\text{-Y}_2\text{O}_3$ , com cotas



Fonte: Autor, 2023.

A Tabela 3 apresenta a quantidade relativa dos pós precursores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  utilizados para a preparação de cada amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  (%-molar), bem como as fases esperadas com base nesta seção isotérmica inicialmente proposta.

As Tabelas 4 e 5 mostram as porcentagens em peso e as massas dos pós precursores de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  utilizados para a preparação de 1,5 g de cada amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  (%-molar) e das cerâmicas pseudo-binárias, respectivamente.

Tabela 3 - Quantidade relativa das fases esperadas para cada amostra de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$  (e pseudo-binárias) de acordo com a seção térmica proposta inicialmente

Composição	Composição química (% molar)	Fases propostas
1	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (11,1111%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (8,3333%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (80,5556%)	$\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ - $\text{Y}_2\text{TaO}_7$
2	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (11,1111%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (25,0000%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (63,8889%)	$\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ - $\text{Y}_3\text{TaO}_7$ - $\text{YTaO}_4$
3	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (27,7778%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (16,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (55,5556%)	$\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ - $\text{YAlO}_3$ - $\text{YTaO}_4$
4	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (33,3333%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (33,3333%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (33,3333%)	$\text{YAlO}_3$ - $\text{AlTaO}_4$ - $\text{YTaO}_4$
5	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (16,6667%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (58,3333%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (25,0000%)	$\text{YTaO}_4$ - $\text{AlTaO}_4$ - $\text{YTa}_3\text{O}_9$
6	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (16,6667%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (70,2381%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (13,0952%)	$\text{AlTaO}_4$ - $\text{YTa}_3\text{O}_9$ - $\text{YTa}_7\text{O}_{19}$
7	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (54,1667%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (78,5714%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (4,7619%)	$\text{AlTaO}_4$ - $\text{YTa}_7\text{O}_{19}$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$
8	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (70,8333%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (16,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (29,16667%)	$\text{YAlO}_3$ - $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ - $\text{AlTaO}_4$
9	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (37,5000%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (16,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (12,5000%)	$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ - $\text{AlTaO}_4$ - $\text{Al}_2\text{O}_3$
10	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (33,3333%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (16,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (45,8333%)	$\text{YAlO}_3$ - $\text{YTaO}_4$ - $\text{YAlO}_4$
11	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (50,0000%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (41,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (25,0000%)	$\text{YAlO}_3$ - $\text{YTaO}_4$ - $\text{YAlO}_4$
12	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (25,0000%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (41,6667%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (8,3333%)	$\text{AlTaO}_4$ - $\text{YAlO}_3$
13	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (75,0000%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (75,0000%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (0,0000%)	$\text{AlTaO}_4$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$
14	$\text{Al}_2\text{O}_3$ (75,0000%) $\text{Ta}_2\text{O}_5$ (25,0000%) $\text{Y}_2\text{O}_3$ (0,0000%)	$\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{AlTaO}_4$

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 4 - Composições químicas em %-massa das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$  e pseudo-binárias avaliadas neste estudo

<b>Amostra</b>	<b><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{Ta}_2\text{O}_5</math></b>	<b><math>\text{Y}_2\text{O}_3</math></b>	<b>TOTAL</b>
1	4,9243	16,0063	79,0693	100,0000
2	4,2578	41,5198	54,2224	100,0000
3	12,4535	32,3839	55,1626	100,0000
4	13,2473	57,4133	29,3393	100,0000
5	5,1306	77,8251	17,0444	100,0000
6	4,7608	86,9546	8,2846	100,0000
7	4,5322	92,5999	2,8679	100,0000
8	28,3601	37,8190	33,8209	100,0000
9	41,4835	42,3032	16,2133	100,0000
10	17,7522	34,1944	48,0534	100,0000
11	12,3785	67,0601	20,5614	100,0000
12	20,0773	72,5118	7,4110	100,0000
13	7,1419	92,8581	0,0000	100,0000
14	40,9056	59,0944	0,0000	100,0000

Fonte: Autor, 2023.

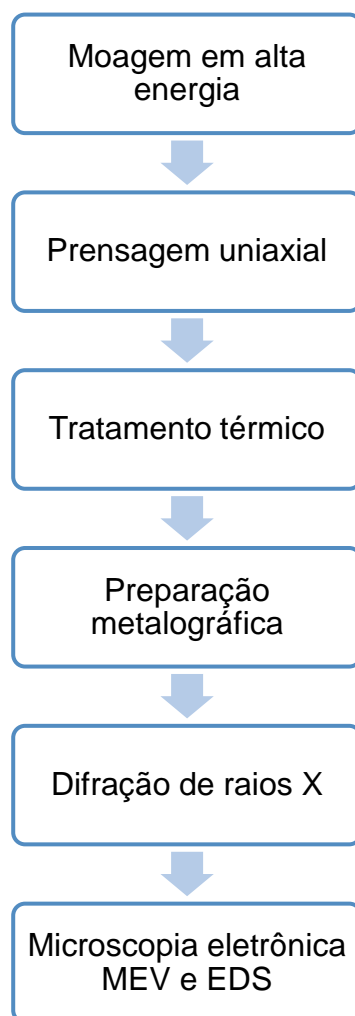
Tabela 5 - Massas (g) de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  utilizadas para a preparação de 1,5 g das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - $\text{Y}_2\text{O}_3$ - $\text{Ta}_2\text{O}_5$  e pseudo-binárias avaliadas neste estudo

<b>Amostra</b>	<b><math>\text{Al}_2\text{O}_3</math></b>	<b><math>\text{Ta}_2\text{O}_5</math></b>	<b><math>\text{Y}_2\text{O}_3</math></b>	<b>TOTAL</b>
1	0,0739	0,2401	1,186	1,5000
2	0,0639	0,6228	0,8133	1,5000
3	0,1868	0,4858	0,8274	1,5000
4	0,1987	0,8612	0,4401	1,5000
5	0,0770	1,1674	0,2557	1,5000
6	0,0714	1,3043	0,1243	1,5000
7	0,0680	1,3890	0,0430	1,5000
8	0,4254	0,5673	0,5073	1,5000
9	0,6223	0,6345	0,2432	1,5000
10	0,2663	0,5129	0,7208	1,5000
11	0,1857	1,0059	0,3084	1,5000
12	0,3012	1,0877	0,1112	1,5000
13	0,1071	1,3929	0,0000	1,5000
14	0,6136	0,8864	0,0000	1,5000

Fonte: Autor, 2023.

A Figura 10 apresenta o fluxograma que representa as etapas realizadas para o desenvolvimento deste estudo.

Figura 10 - Fluxograma mostrando as etapas previstas para o desenvolvimento do presente estudo



Fonte: Autor, 2023.

## 4.2 PROCESSAMENTO

Inicialmente, a quantidade de cada pó precursor de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  foi devidamente pesado em uma balança analítica eletrônica com calibração semi-automática, conforme os valores mostrados na Tabela 5.

Seguindo, as misturas de pós precursores foram homogeneizadas ao ar em um moinho tipo SPEX Sample-Prep modelo 8000M por 10 minutos, em um vaso de WC-Co (80 mL), com um movimento característico de 975 ciclos por minuto. Esferas de alumina com diâmetro de 10 mm foram utilizadas para evitar contaminação. Embora

este equipamento seja amplamente utilizado para a síntese de compostos metálicos e cerâmicos (SURYANARAYANA, 2001; TORRES; SHAEFFER, 2010), os tempos curtos adotados neste estudo têm como objetivo apenas a homogeneização química dos pós precursores. Essa etapa foi realizada utilizando um equipamento disponível no ICT-UNIFAL.

Em seguida, as misturas de pós de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ , previamente homogeneizadas, foram compactadas usando uma carga uniaxial de aproximadamente 1,5 toneladas (~187 MPa), em uma prensa hidráulica com capacidade de 5 toneladas, localizada no ICT-UNIFAL, com o objetivo de preparar pastilhas cilíndricas com 10 mm de diâmetro e aproximadamente 5 mm de altura. A figura 11 exibe as pastilhas compactadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  avaliadas neste estudo. Foram preparadas duas unidades para as amostras de 1 a 4 e uma unidade para as demais amostras.

Figura 11 - Pastilhas compactadas das amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  avaliadas neste estudo



Fonte: Autor, 2023.

A fim de avaliar as possíveis transformações de fases em cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  (e nas amostras pseudo-binárias correspondentes), as pastilhas foram submetidas a um tratamento térmico a 1300°C por 72 horas em um forno tubular

Thermo Scientific Lindberg/blue m 1700°C tube furnace, localizado no DEMAR-EEL-USP, o qual está ilustrado na figura 12.

Figura 12 - Forno utilizado para o tratamento térmico por 72 h das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  e pseudo-binárias



Fonte: Thermo Fisher Scientific, 2023.

### 4.3 CARACTERIZAÇÕES

Após a análise por difratometria de raios X das amostras  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas termicamente por 72 horas (e das amostras pseudo-binárias correspondentes), decidiu-se realizar tratamentos térmicos adicionais a  $1300^\circ\text{C}$  por mais 150 horas, totalizando 222 horas de tratamento, em um forno localizado no Instituto Federal de São Paulo. Esses tratamentos visaram obter microestruturas de equilíbrio. Todas as amostras foram colocadas sobre um material refratário, e nesta etapa, utilizou-se uma taxa de aquecimento de  $15^\circ\text{C}/\text{min}$  e uma taxa de resfriamento de  $15^\circ\text{C}/\text{min}$ . A Figura 13 ilustra o forno utilizado para o tratamento térmico.



Figura 13 - Forno utilizado para o tratamento térmico adicional de 150 h das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  e pseudo-binárias



Fonte: Autor, 2023.

Tanto as matérias-primas quanto as cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas termicamente foram caracterizadas por meio de técnicas de difratometria de raios X (DRX). No caso da microscopia eletrônica de varredura (MEV) e espectrometria por dispersão de energia (EDS), apenas as amostras tratadas termicamente por 222 h foram avaliadas, devido à maior possibilidade de sinterização.

Os experimentos de DRX das amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  foram realizados em um equipamento Malvern Panalytical modelo Epyrean com um limite de detecção de 3%. Foi utilizada radiação de  $\text{Cu-K}\alpha$ , com um ângulo de difração entre  $10,02^\circ$  a  $89,97^\circ$ , um passo de 0,02s, tempo de contagem de 100s por passo, tensão de 40kV e corrente de 30mA. A profundidade de penetração utilizada foi de 100 micrômetros. Para a indexação das fases, foram empregadas as fichas JCPDS, os dados cristalográficos da base de estruturas cristalinas (BdEC), bem como os dados cristalográficos de Pearson (Villars, 1998). Além disso, foram utilizados os programas de computador Powdercell (NOLZE; KRAUS, 1998) e X`Pert HighScore Plus (Malvern Panalytical). As figuras 14 e 15 mostram o equipamento de difratometria de raios X utilizado neste estudo, bem como um detalhe do goniômetro em seu interior, respectivamente.

Figura 14 - Difratorômetro de raios X utilizado neste estudo



Fonte: Autor, 2023.

Figura 15 - Detalhe do goniômetro no interior do difratômetro de raios X



Fonte: Autor, 2023.

Para possibilitar a caracterização microestrutural via MEV e EDS, as amostras de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas por 222 h foram inicialmente embutidas a quente em baquelite, utilizando uma prensa da marca Arotec modelo PRE-30Mi. Em seguida, as amostras embutidas foram lixadas e polidas em um equipamento marca Fortel modelo PLF. Para a etapa de lixamento, foram utilizadas lixas de SiC com grana de 400, 600, 1200, 1500 e 2000 #. Posteriormente, foi realizado o polimento inicial das amostras com o auxílio de uma solução de alumina de 1  $\mu\text{m}$ , seguido de um polimento final das amostras com uma pasta de diamante de 0,25  $\mu\text{m}$ .

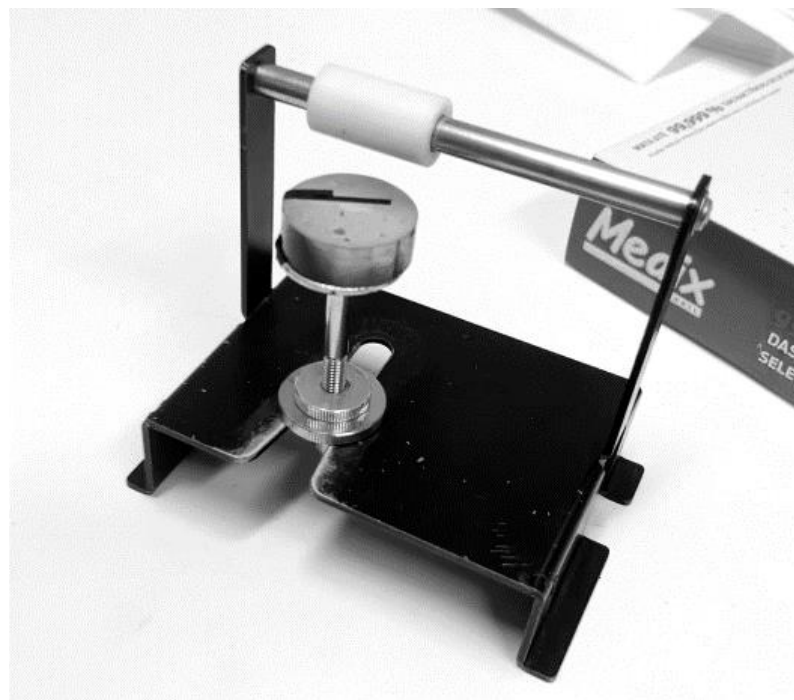
As imagens de MEV das cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  tratadas termicamente por 222 h foram obtidas no modo de elétrons retroespalhados, visando obter informações composicionais. Essa etapa foi realizada em um equipamento da marca Hitachi, modelo TM-3000, com EDS Oxford ShiftED3000 acoplado, utilizando uma tensão aplicada de 15 kV, distância de trabalho de 8,5 mm e filamento de tungstênio. O equipamento pode ser visualizado na figura 16, com detalhes do porta amostras (figura 17). Para aumentar a condutividade elétrica das amostras e minimizar o acúmulo de energia em uma região específica durante a incidência do feixe de elétrons, a superfície das amostras foi revestida com ouro e uma fita de carbono foi utilizada entre a superfície revestida da amostra e a base do suporte metálico. A Tabela 6 apresenta os teores elementares (%-at.) das possíveis fases presentes nas cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$ .

Figura 16 - Microscópio eletrônico de varredura Hitachi TM-3000 com detector de EDS



Fonte: Autor, 2023.

Figura 17 - Detalhe porta amostras



Fonte: Autor, 2023.

Tabela 6 - Teores elementares (%-at.) das possíveis fases presentes em cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$

<b>Fase / Teor</b>	<b>Al (%-at.)</b>	<b>Ta (%-at.)</b>	<b>Y (%-at.)</b>	<b>O (%-at.)</b>
$\text{Al}_2\text{O}_3$	40,00	---	---	60,00
$\text{Ta}_2\text{O}_5$	---	28,60	---	71,40
$\text{Y}_2\text{O}_3$	---	---	40,00	60,00
$\text{Y}_3\text{TaO}_7$	---	9,10	27,30	63,60
$\text{YTaO}_4$	---	16,70	16,70	66,60
$\text{YTa}_3\text{O}_9$	---	23,10	7,70	69,20
$\text{YTa}_7\text{O}_{19}$	---	25,90	3,70	70,40
$\text{AlTaO}_4$	16,70	16,70	---	66,60
$\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ (YAM)	13,30	---	26,70	60,00
$\text{YAIO}_3$ (YAP)	20,00	---	20,00	60,00
$\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ (YAG)	25,00	---	15,00	60,00

Fonte: Autor, 2023.

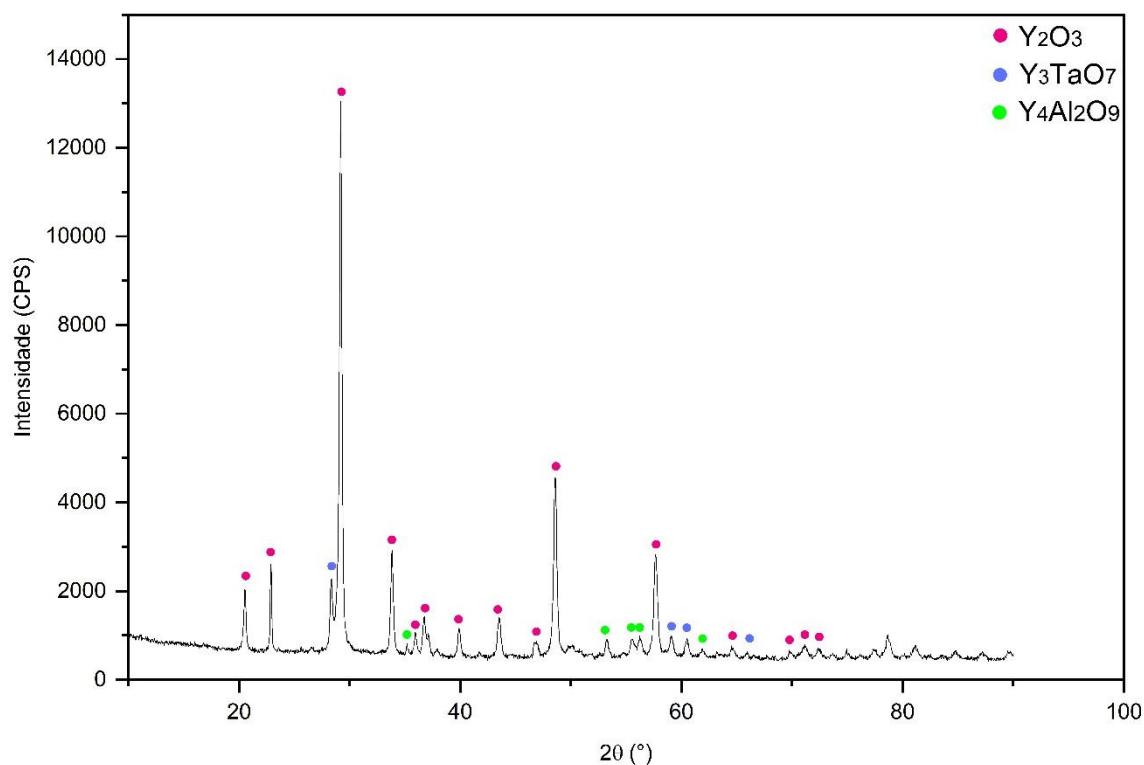
## 5 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Os resultados estão apresentados, seguindo a ordem cronológica do presente estudo, apresentando-os separadamente para cada amostra: (1) sobre as cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  após tratamento térmico à  $1300^\circ\text{C}$  por 72 h; (2) sobre as cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Y}_2\text{O}_3\text{-Ta}_2\text{O}_5$  após tratamento térmico à  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h, como segue.

### 5.1 AMOSTRA 1 (11,11 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 8,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 80,56 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar)

A figura 18 mostra o difratograma de raios X da amostra 1 (11,11 $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 8,33 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  - 80,56 $\text{Y}_2\text{O}_3$  %-molar) tratada termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 72 h. De acordo com a seção isotérmica proposta inicialmente, a amostra 1 está localizada na região trifásica de  $\text{Y}_2\text{O}_3\text{+Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9\text{+Y}_3\text{TaO}_7$ . De acordo com os resultados, os picos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  desapareceram e apenas os picos das fases  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$  e  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$  foram identificados, sugerindo que as condições de equilíbrio foram atingidas. É possível notar no difratograma que não foram identificados picos para os ângulos de difração maiores que  $78^\circ$ , devido ao fato das fichas catalográficas não possuírem tais informações.

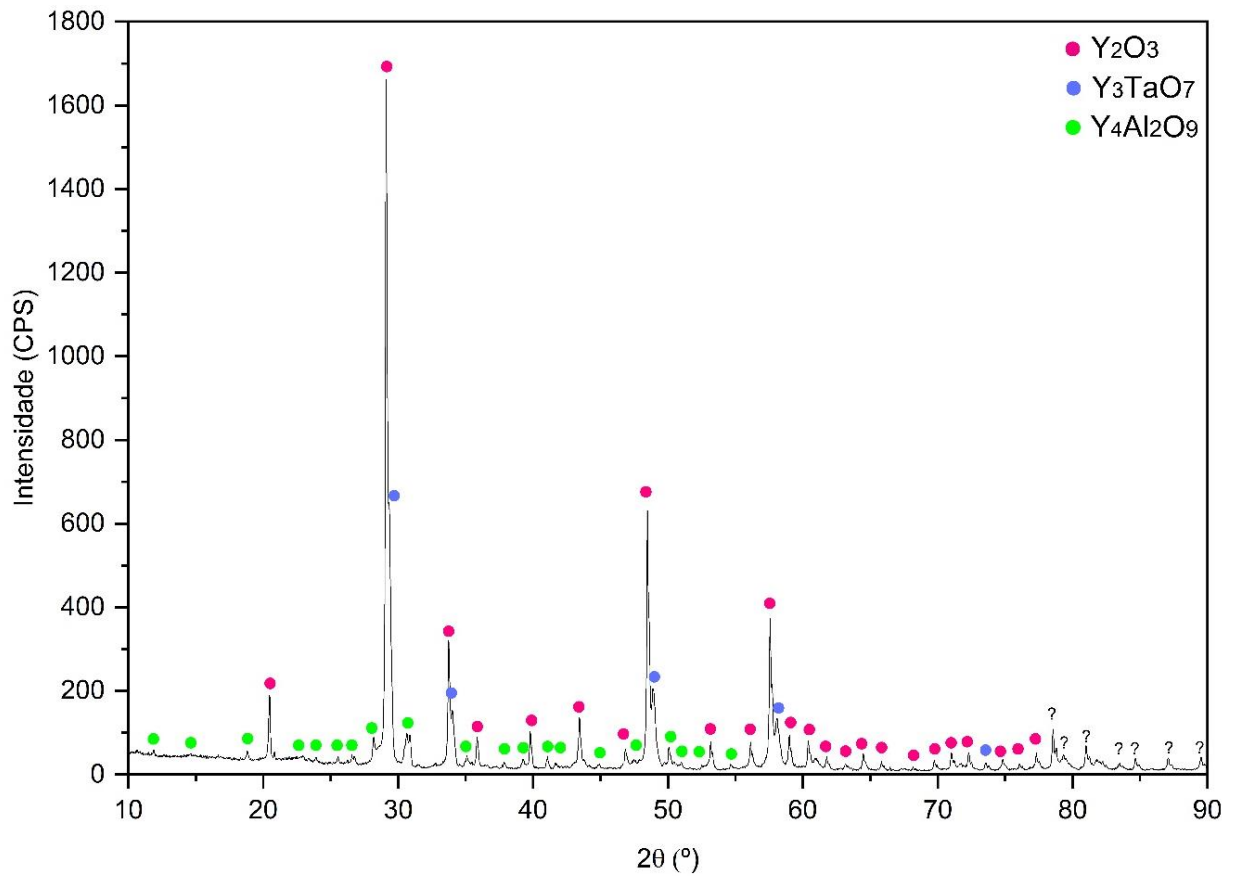
Figura 18 - Difratoograma de raios X da amostra 1 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

O difratograma de raios X da amostra 1 (11,1111Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 8,3333Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 80,5556Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h está mostrada na figura 19. Confirmando os resultados encontrados para esta amostra tratada termicamente por 72 h, os resultados indicaram a presença de picos de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>. Conforme mencionado anteriormente, os picos maiores que 78° não foram indexados pelo fato das fichas catalográficas base possuírem tais informações.

Figura 19 - Difratoograma de raios X da amostra 1 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

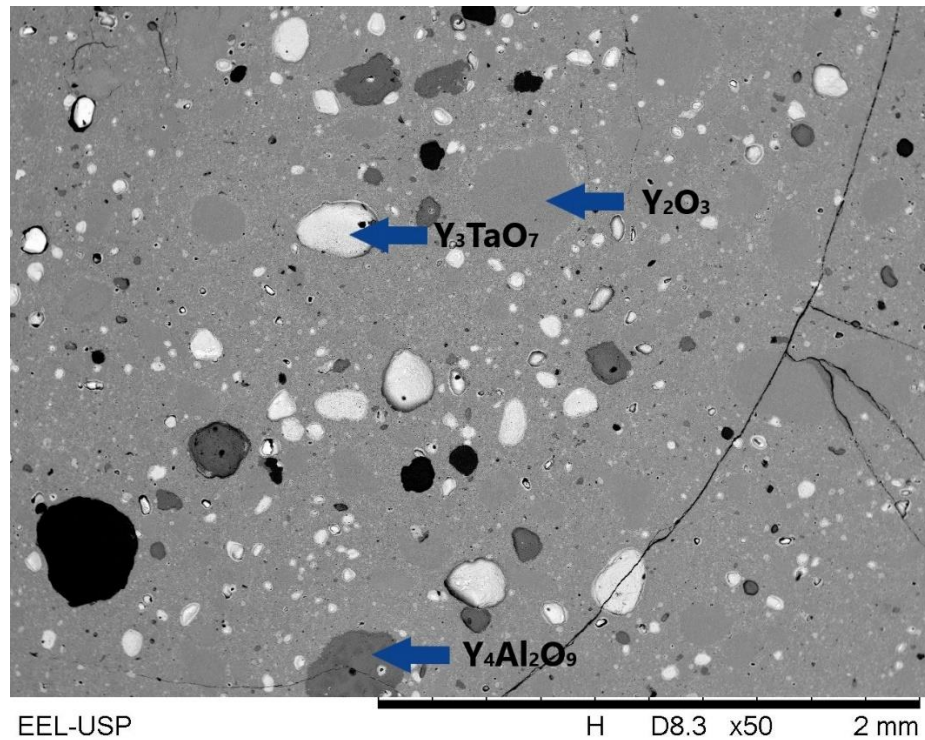


Fonte: Autor, 2023.

A figura 20 mostra a imagem de MEV da amostra 1 (11,1111Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 8,3333Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 80,5556Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h, enquanto a Tabela 7 mostra os resultados de EDS das fases presentes nesta amostra. A microestrutura da amostra 1 revelou a presença das fases Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>. De acordo com os resultados de EDS, o Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dissolveu cerca de 2,4-2,6 e 0,60 (%-at.) de íons de Al e Ta, respectivamente. Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub> dissolveram entre 0,4-0,7 e 0,7-1,1 (%-at.) de íons de Ta e Al, respectivamente.



Figura 20 - Imagem de MEV da amostra 1 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



EEL-USP

H D8.3 x50 2 mm

Amostra 1

Fonte: Autor, 2023.

A imagem da figura 20 mostra uma trinca que pode ter surgido durante a preparação metalográfica ou devido as taxas de aquecimento e resfriamento adotadas (15°/min), e os pontos escuros a alumina com teores próximos de 38,5 (%-at.).

Tabela 7 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 1 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,6-2,4	39,6-40,9	0,6-0,6	57,1-56,2
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	1,1-0,7	18,81-16,7	15,2-13,4	65-69,3
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	21,9-16,7	18,6-16,4	0,4-0,7	59,1-66,3
Global	6,9	29,9	2,7	60,6

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 1 estava contida na região trifásica de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>+Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>. Após tratamento térmico a 1300°C por 222 h, esta região trifásica foi confirmada. A Tabela 8 mostra os dados cristalográficos das fases identificadas na amostra 1.

Tabela 8 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 1 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	051077	Monoclínica	P21/c	14
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	010059	Ortorrômbico	C2221	20

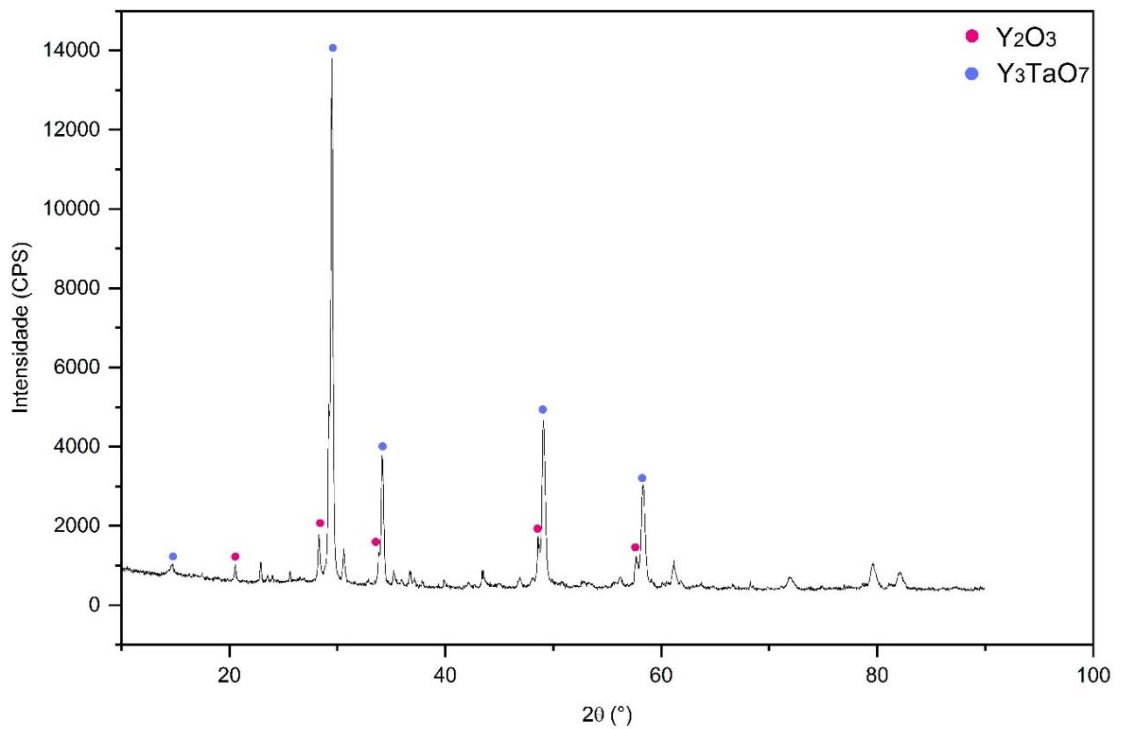
Fonte: Autor, 2023.

## 5.2 AMOSTRA 2 (11,11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 25,00Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 63,89Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 21 mostra o difratograma de raios X da amostra 2 (11,11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 25,00Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 63,89Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h. De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, esta amostra está localizada na região trifásica de Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>+Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>+YTaO<sub>4</sub>. Somente os picos das fases Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram identificados, sugerindo que as fases de equilíbrio não foram formadas após o tratamento térmico por 72 h.

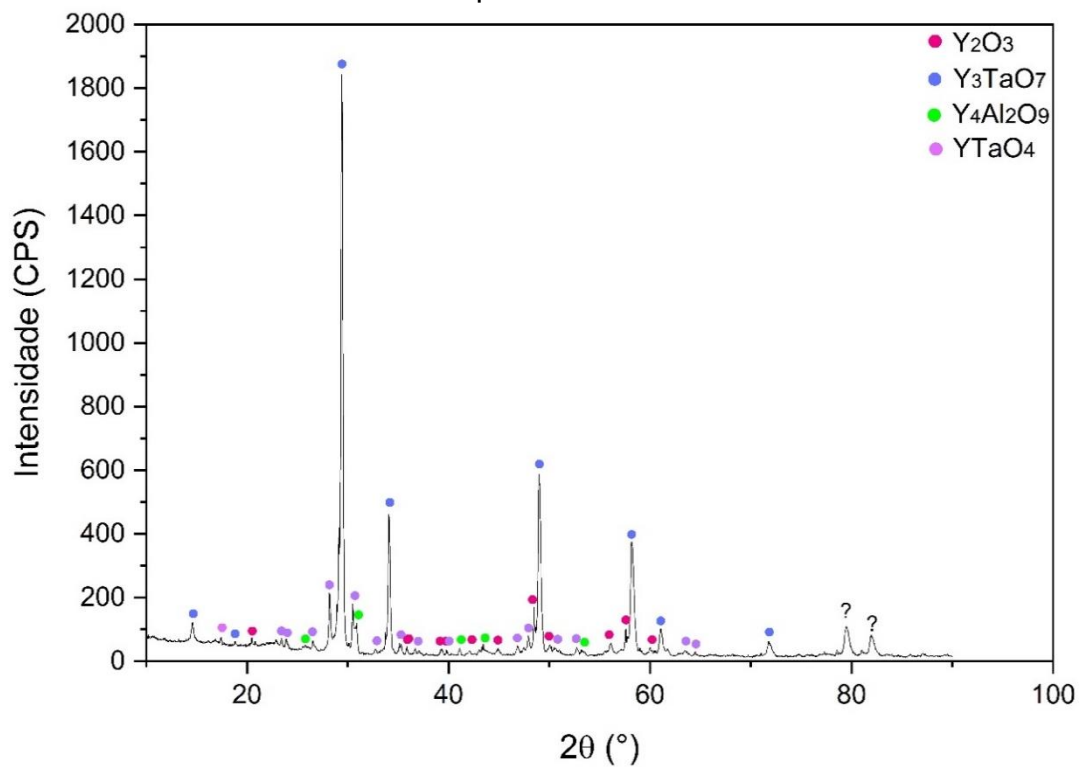
O difratograma de raios X da amostra 2 (11,11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 25,00Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 63,89Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar), tratada termicamente à 1300°C por 222 h, está apresentado na figura 22. De acordo com os resultados, foram identificados picos de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>, Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub> e YTaO<sub>4</sub>. É possível notar no difratograma não foram identificados os picos para os ângulos de difração maiores que 78°, pelo fato das fichas catalográficas não apresentarem tais informações.

Figura 21 - Difratoograma de raios X da amostra 2 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

Figura 22 - Difratoograma de raios X da amostra 2 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



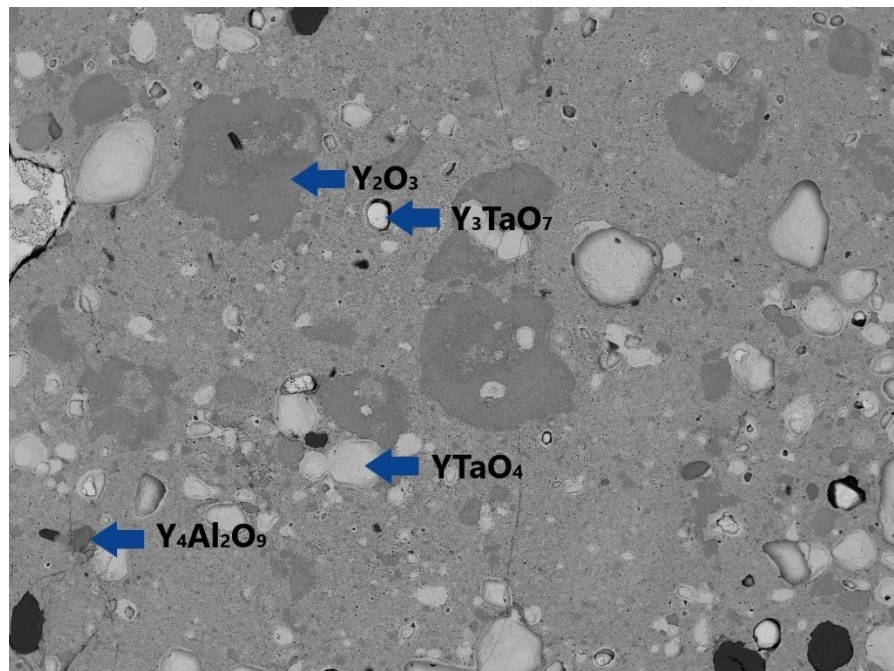
Fonte: Autor, 2023.

A figura 23 apresenta a imagem de MEV da amostra 2 ( $11,11\text{Al}_2\text{O}_3 - 25,00\text{Ta}_2\text{O}_5 - 63,89\text{Y}_2\text{O}_3$  %-molar) tratada termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h, enquanto a Tabela 9 mostra os resultados de EDS das fases presentes nesta amostra. A microestrutura da amostra 2 revelou a presença das fases  $\text{Y}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$ ,  $\text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$  e  $\text{YTaO}_4$ . A presença de uma pequena quantidade de precipitados de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e a formação das fases  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$  e  $\text{YTaO}_4$  a partir dos precursores de  $\text{Y}_2\text{O}_3$  e  $\text{Ta}_2\text{O}_5$  indicam que tempos maiores são necessários para a obtenção de microestruturas de equilíbrio. De acordo com os resultados de EDS,  $\text{YTaO}_4$  e  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$  dissolveram entre 0,5-3,1 e 2,1-3,7 %-at. de íons de Al, respectivamente.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 2 estava contida na região trifásica de  $\text{Y}_3\text{TaO}_7 + \text{YTaO}_4 + \text{Y}_4\text{Al}_2\text{O}_9$ . Após tratamento térmico a  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h, a amostra não atingiu as condições de equilíbrio.

A Tabela 10 mostra os dados cristalográficos das fases identificadas na amostra 2.

Figura 23 - Imagem de MEV da amostra 2 tratada termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h



EEL-USP

H D8.3 x100 1 mm

Amostra 2

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 9 - Resultados de EDS (%-at.) da amostra 2 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,3-4,6	32,1-30,2	0,6-0,8	64,9-64,5
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	2,1-3,7	15,9-12,4	8,5-7,0	73,7-76,9
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	2,9-2,4	25,8-23,3	10,1-6,7	61,2-67,6
YTaO <sub>4</sub>	0,5-3,1	15,3-20,2	16,6-13,6	70,4-62,6
Global	5,34	21,88	6,50	66,28

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 10 - Dados cristalográficos para a amostra 2 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	051077	Monoclínica	P21/c	14
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	010059	Ortorrômico	C2221	20
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206

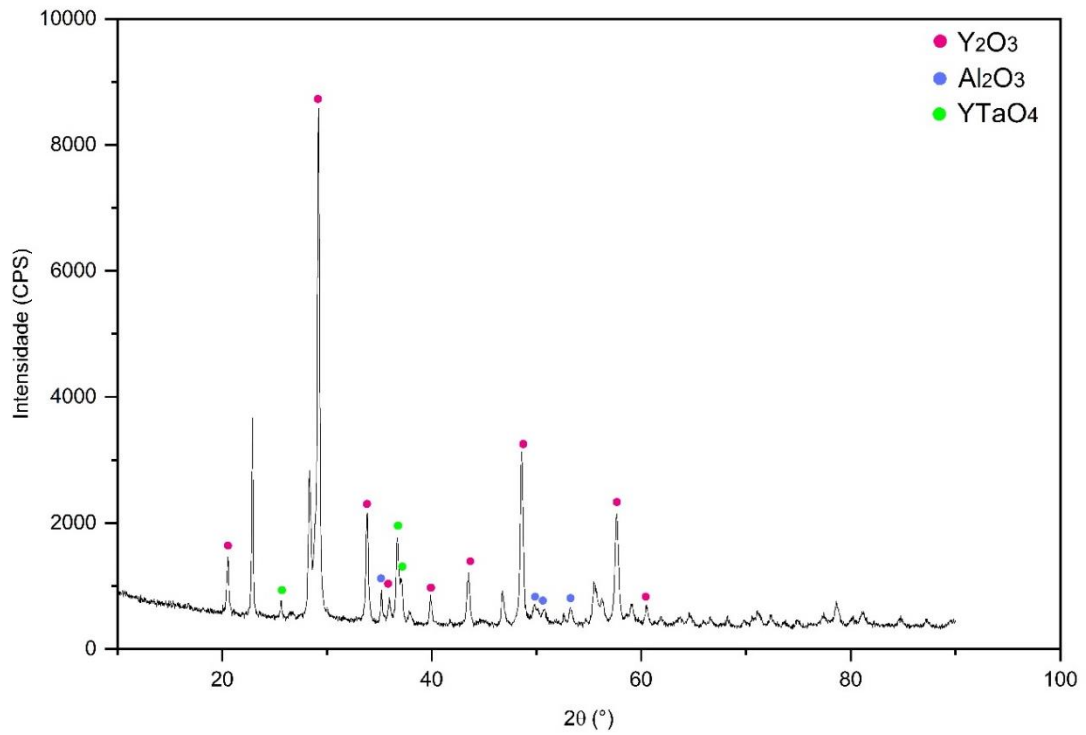
Fonte: Autor, 2023.

### 5.3 AMOSTRA 3 (27,78Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 55,56Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 24 mostra o difratograma de raios X da amostra 3 (27,78Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 55,56Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h, a qual foi posicionada na seção isotérmica inicialmente proposta, na região trifásica de Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>, YAlO<sub>3</sub> e YTaO<sub>4</sub>. Foram identificados os picos das fases Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e YTaO<sub>4</sub>, sugerindo que as condições de equilíbrio foram atingidas.

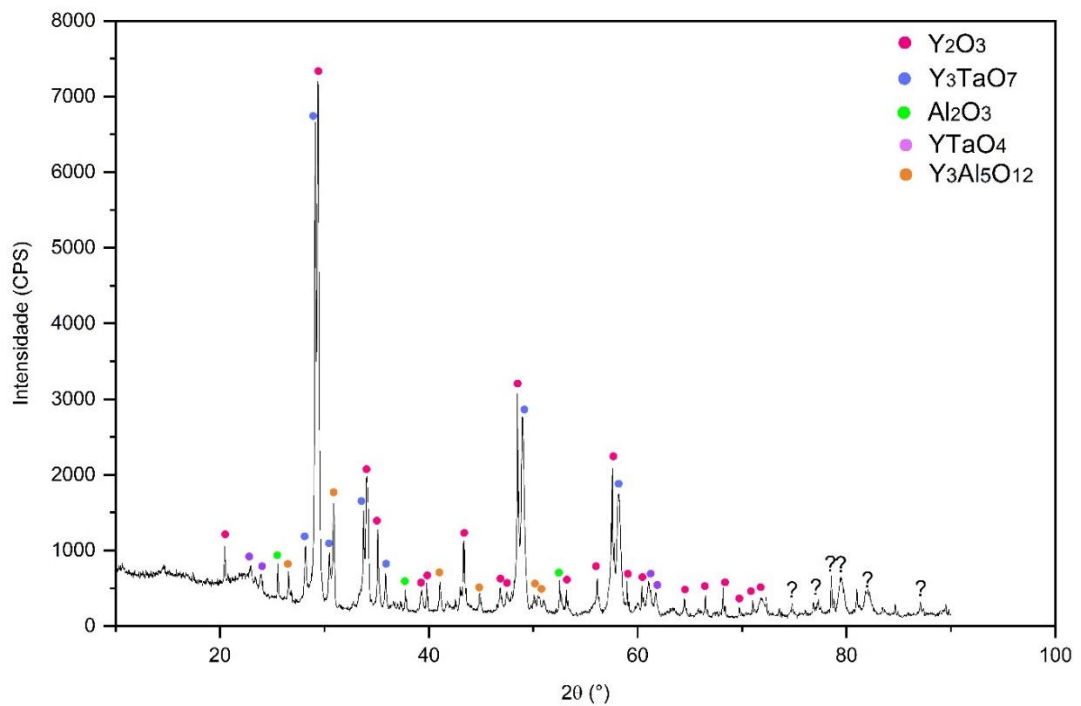
Para verificar e confirmar se as condições de equilíbrio foram atingidas, a amostra foi tratada termicamente por tempos maiores. A figura 25 mostra o difratograma de raios X da amostra 3 (27,78Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 55,56Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h. Os resultados indicaram a presença de picos de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, YTaO<sub>4</sub> e Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>.

Figura 24 - Difratoograma de raios X da amostra 3 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

Figura 25 - Difratoograma de raios X da amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

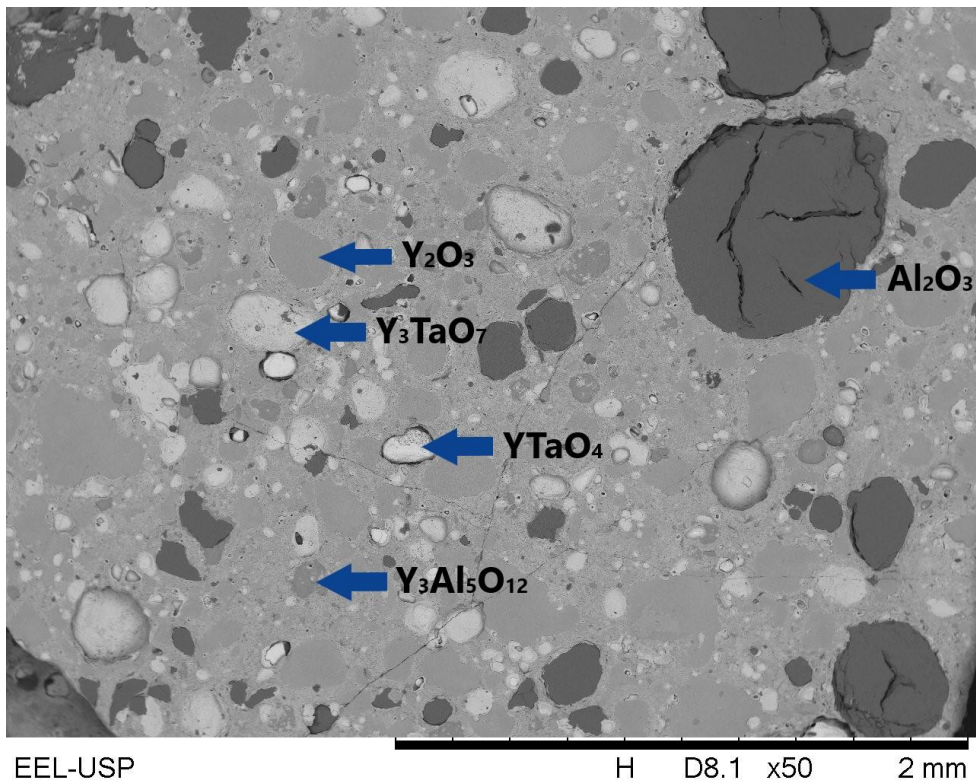


Fonte: Autor, 2023.

A imagem de MEV da amostra 3 (27,78Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 55,56Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h está mostrada na figura 26, e a Tabela 11 apresenta os resultados de EDS das fases presentes nesta amostra.

A microestrutura da amostra 3 revelou a presença das fases Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, YTaO<sub>4</sub> e Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>. De acordo com os resultados de EDS, YTaO<sub>4</sub> dissolveu 2,8 %-at., enquanto o Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub> dissolveram entre 0,7-0,6 e 0,7-0,3 (%-at.) de íons de Ta e Al, respectivamente. Apenas a fase YTaO<sub>4</sub> inicialmente prevista foi confirmada, enquanto que outras fases intermediárias foram formadas mediante pares de difusão entre os pós precursores, indicando que as condições de equilíbrio não foram atingidas.

Figura 26 - Imagem de MEV da amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Amostra 3

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 11 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5,6-6,0	36,6-34,7	0,7-0,6	58,9-58,6
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	0,7-0,3	20,0-19,0	16,6-15,6	62,8-65,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	39,5-38,7	0,8-0,9	0,2-0,3	59,5-60,2
YTaO <sub>4</sub>	2,8	4,7	29,4	62,9
Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	4,3-6,6	38,0-38,1	0,7-0,6	57,0-54,7
Global	13,11	20,19	3,95	62,75

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 3 estava contida na região trifásica de YTaO<sub>4</sub>+Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>+YAlO<sub>3</sub>. Após tratamento térmico a 1300°C por 222 h, as fases propostas não foram identificadas. A Tabela 12 mostra os dados cristalográficos das fases identificadas na amostra 3.

Tabela 12 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 3 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	010059	Ortorrômbico	C2221	20
Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	067102	Cúbica	Ia-3d	230

Fonte: Autor, 2023.

Ambas as amostras 10 (37,5Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-45,83Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) e 11 (33,33Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-41,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-25Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) estão também localizadas nas regiões trifásicas de YAlO<sub>3</sub>+YTaO<sub>4</sub>+Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>. Os resultados de DRX destas amostras têm também confirmada a presença de picos destas fases.



#### 5.4 AMOSTRA 4 (33,33Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 33,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 33,33Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 27 mostra o difratograma de raios X da amostra 4 (33,33Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 33,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 33,33Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h, a qual está localizada na região compreendida pelas fases YAlO<sub>3</sub>, YTaO<sub>4</sub> e AlTaO<sub>4</sub>. Picos de YTaO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> foram indexados, além de outros picos minoritários localizados entre 35° e 45°, não identificados. Logo, investigações adicionais tornaram-se necessárias.

A figura 28 mostra o difratograma de raios X da amostra 4 (33,33Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 33,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 33,33Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 222 h, o qual indicou a presença de picos de YTaO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>.

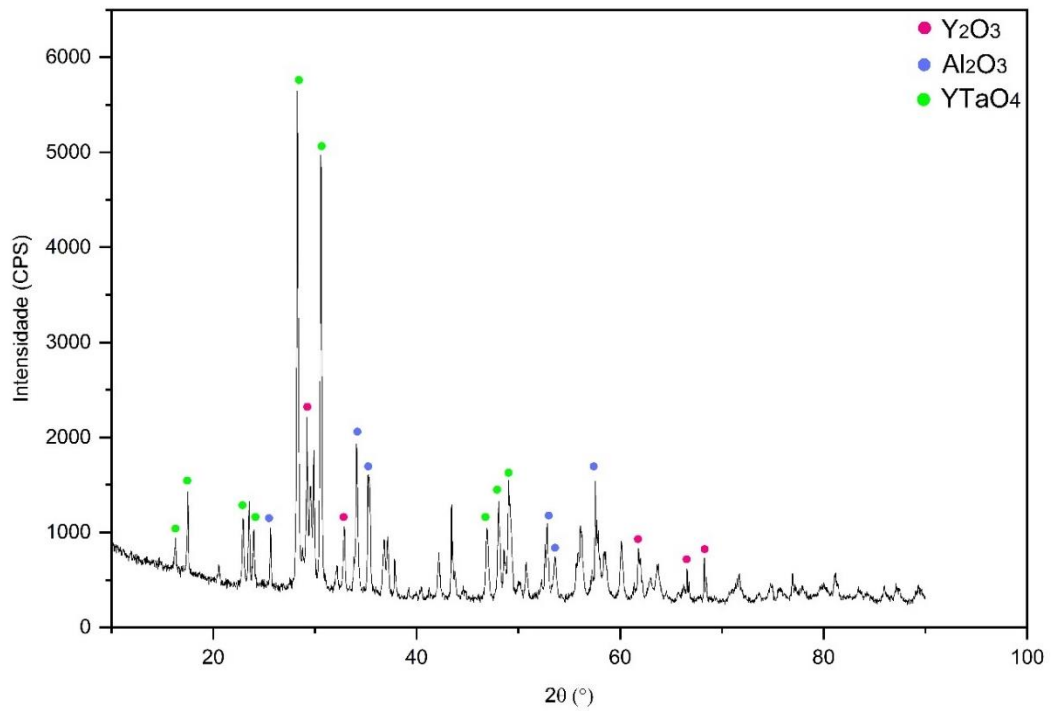
A imagem de MEV da amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h está mostrada na figura 29, a qual indicou a presença das fases YTaO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub>.

De acordo com os resultados de EDS apresentados na Tabela 13, as fases YTaO<sub>4</sub> e Y<sub>3</sub>TaO<sub>7</sub> dissolveram entre 2,3-3,8 %-at. Al e 7,7-13,3 %-at. Ta, respectivamente. Além disso, foram também identificadas na microestrutura desta amostra tratada termicamente a 1300°C por 222 h regiões ricas em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, indicando que as condições de equilíbrio não foram atingidas. A Tabela 14 apresenta os dados cristalográficos das fases identificadas na amostra 4.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 4 está contida na região trifásica de YAlO<sub>3</sub>+AlTaO<sub>4</sub>+YTaO<sub>4</sub>. De acordo com os resultados da amostra tratada termicamente a 1300°C por 222 h, esta região trifásica não foi confirmada.

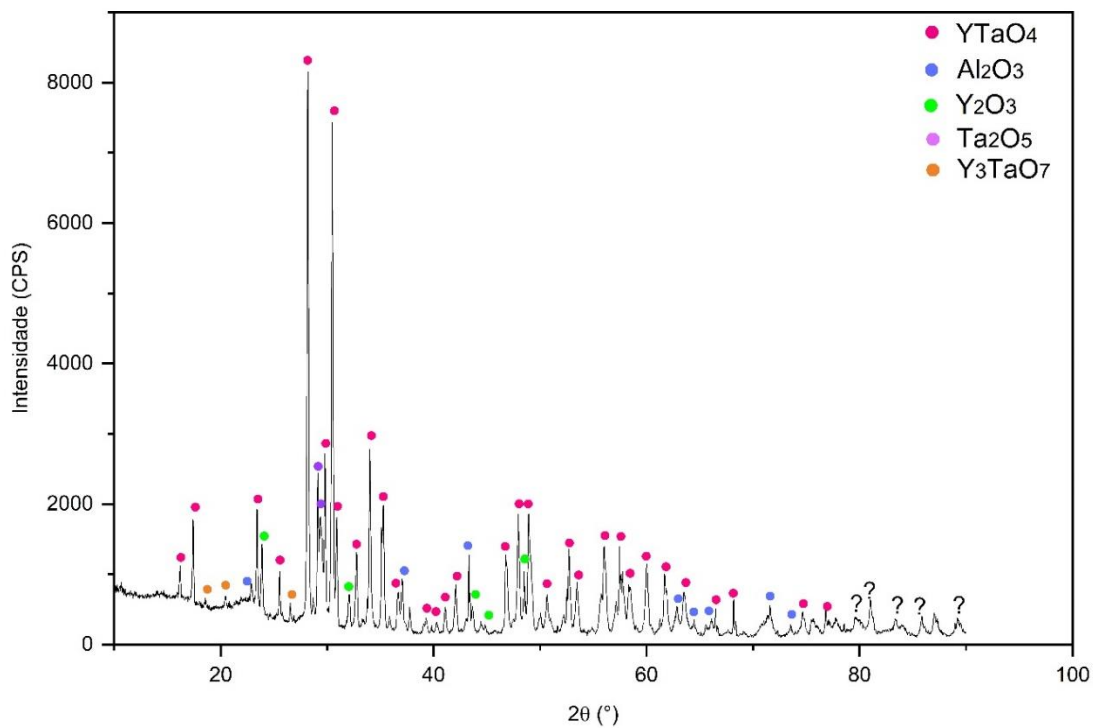
A amostra 12 (50Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-41,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-8,33Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) está localizada na região bifásica de AlTaO<sub>4</sub> e AlYO<sub>3</sub>. Porém, sua composição está localizada mais próxima da fase AlTaO<sub>4</sub>. Em concordância, os resultados de DRX desta amostra têm revelado a presença de picos majoritários de AlTaO<sub>4</sub>.

Figura 27 - Difratoograma de raios X da amostra 4 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

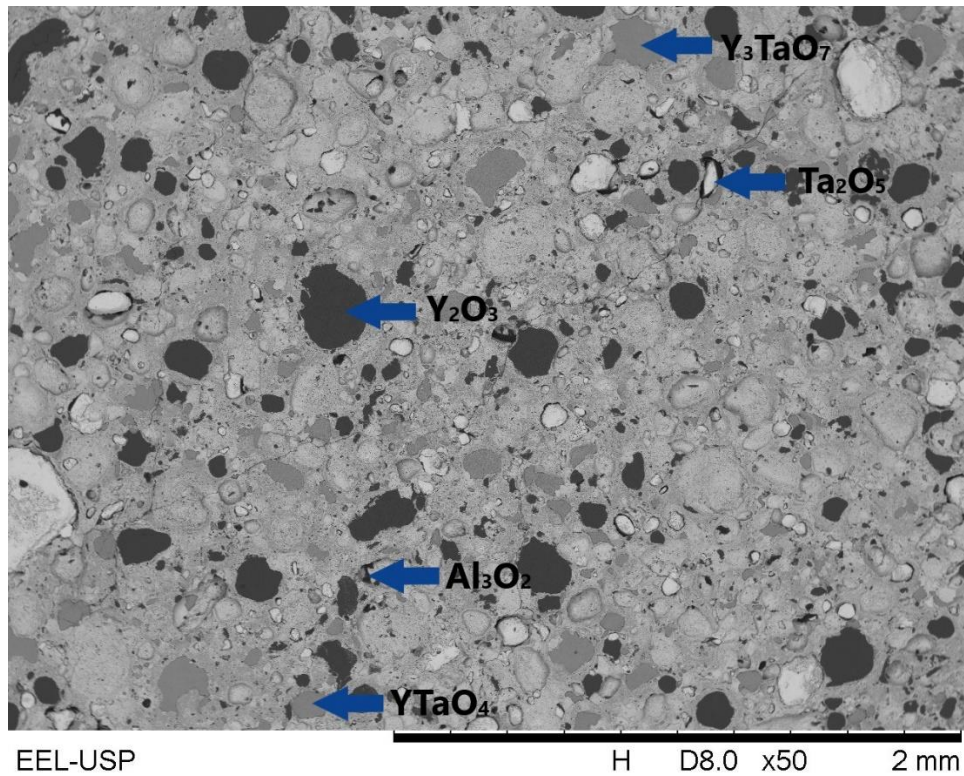
Figura 28 - Difratoograma de raios X da amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Fonte:

Fonte: Autor, 2023.

Figura 29 - Imagem de MEV da amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Amostra 4

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 13 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
YTaO <sub>4</sub>	2,3-3,8	11,8-13,0	12,8-13,3	73,1-70,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	35,4-36,9	0,4-0,3	0,3-0,3	63,9-62,5
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,0-3,7	28,2-24,2	0,6-0,6	65,2-71,5
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	1,7-1,7	0,2-0,2	21,3-24,1	76,9-74,1
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	5,3-3,8	8,3-13,0	7,7-13,3	78,6-70,0
Global	11,1	10,15	8,08	70,65

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 14 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 4 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	043498	Ortorrômbico	C2mm	38
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	010059	Ortorrômbico	C2221	20

Fonte: Autor, 2023.

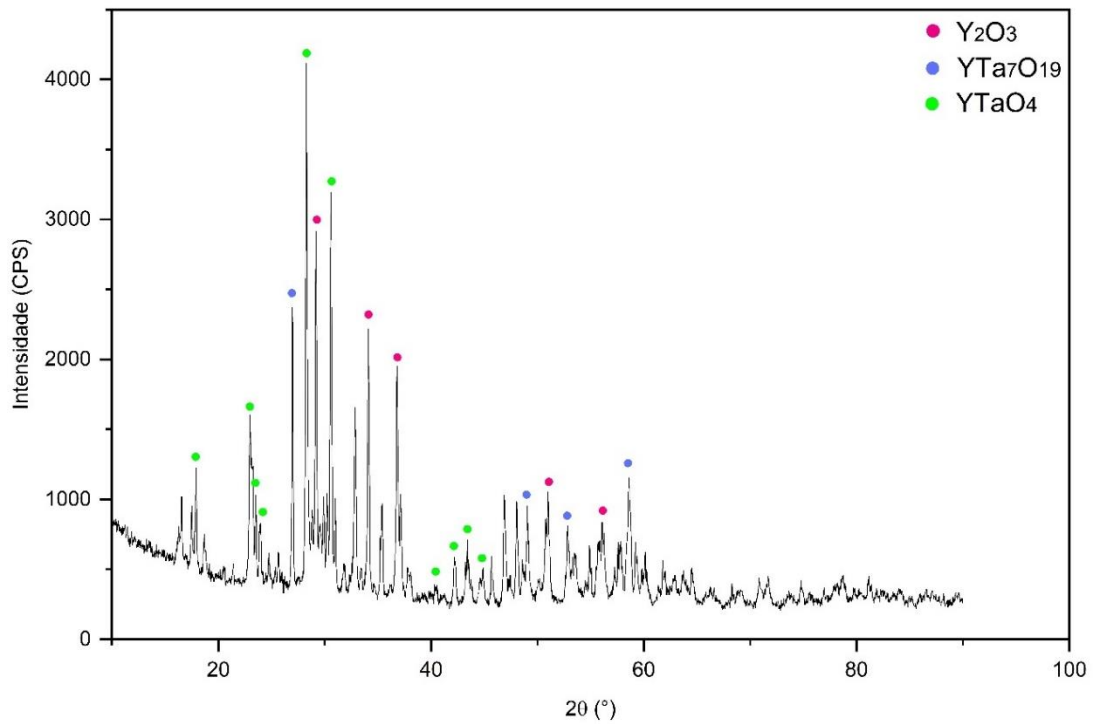
### 5.5 AMOSTRA 5 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 58,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 25,00Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 30 mostra o difratograma de raios X da amostra 5 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 58,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 25,00Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h. De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, esta composição está localizada na região trifásica de YTaO<sub>4</sub>+AlTaO<sub>4</sub>+YTa<sub>3</sub>O<sub>9</sub>. Os resultados indicaram a presença majoritária de picos das fases YTaO<sub>4</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e YTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, além de outros minoritários, não identificados. Tempos maiores tornaram-se necessários para a confirmação das condições de equilíbrio desta amostra.

Neste contexto, a figura 31 mostra o difratograma de raios X da amostra 5 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 58,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 25,00Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h. As seguintes fases foram indexadas: YTaO<sub>4</sub>, YTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

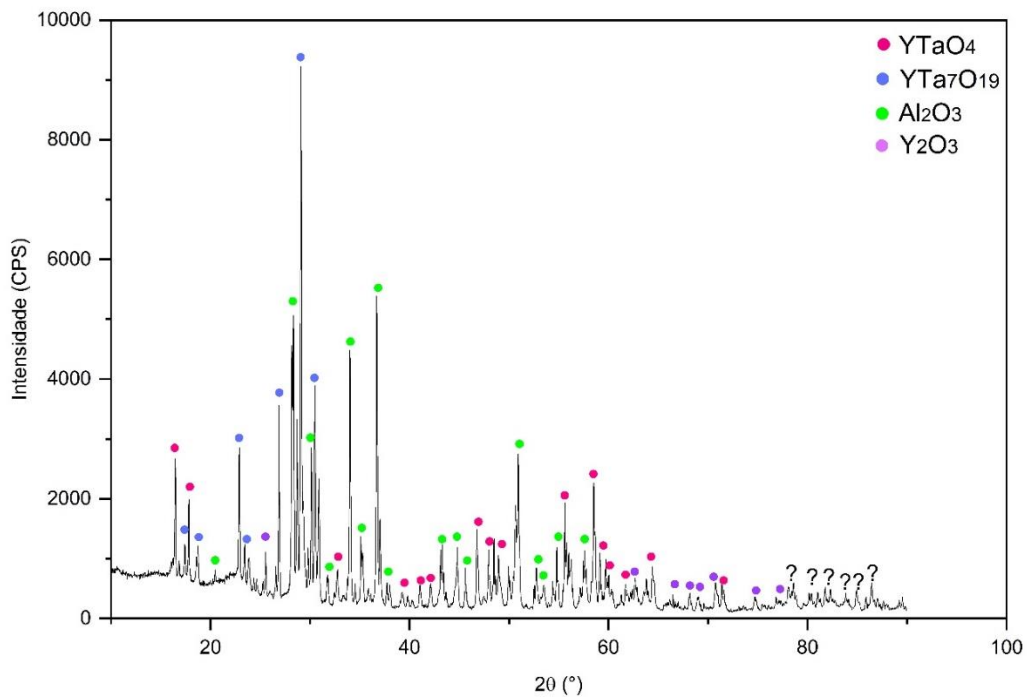
A imagem de MEV da amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h está mostrada na figura 32. A microestrutura desta amostra indicou a presença das fases YTaO<sub>4</sub>, YTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. De acordo com os resultados de EDS mostrados na Tabela 15, as fases YTaO<sub>4</sub> e YTa<sub>7</sub>O<sub>19</sub> dissolveram 0,2 e 0,3-0,2 %-at. de íons de Al, respectivamente. Em outras regiões, foram também identificadas as presenças de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, indicando que as condições de equilíbrio não foram atingidas.

Figura 30 - Difratoograma de raios X da amostra 5 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



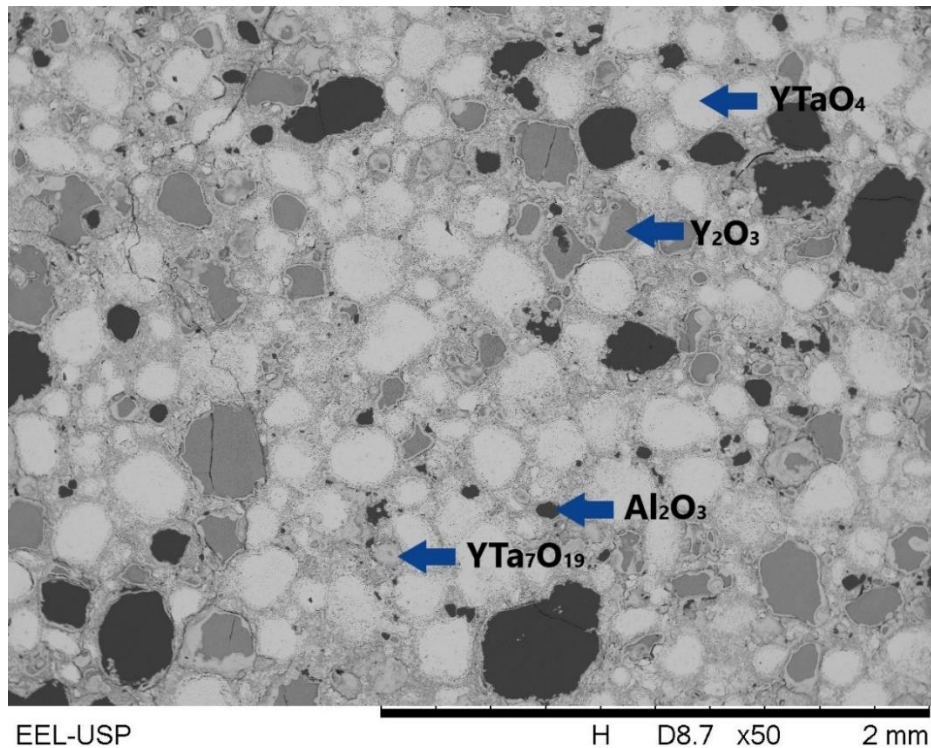
Fonte: Autor, 2023.

Figura 31 - Difratoograma de raios X da amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Fonte: Autor, 2023.

Figura 32 - Imagem de MEV da amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Amostra 5

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 15 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
YTaO <sub>4</sub>	0,2-0,2	16,0-18,9	15,0-17,8	68,9-63,0
YTa <sub>7</sub> O <sub>19</sub>	0,3-0,2	18,1-16,0	17,5-15,0	64,1-68,8
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,6	0,2	0,4	61,8
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,4-4,8	29,1-28,5	0,8-0,9	63,7-65,8
Global	8,8	9,1	14,2	68,1

Fonte: Autor, 2023.

A Tabela 16 apresenta os dados cristalográficos das fases identificadas na amostra 5.

Tabela 16 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 5 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	Nº Grupo Espacial
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
YTa <sub>7</sub> O <sub>19</sub> *	04-005-7941	Haxagonal	Pmna	201
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206

\*Pearson's Crystal Data

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 5 está contida na região trifásica de YTaO<sub>4</sub>+AlTaO<sub>4</sub>+YT<sub>3</sub>O<sub>9</sub>, e após o tratamento térmico de 222 h não foi possível confirmar a região.

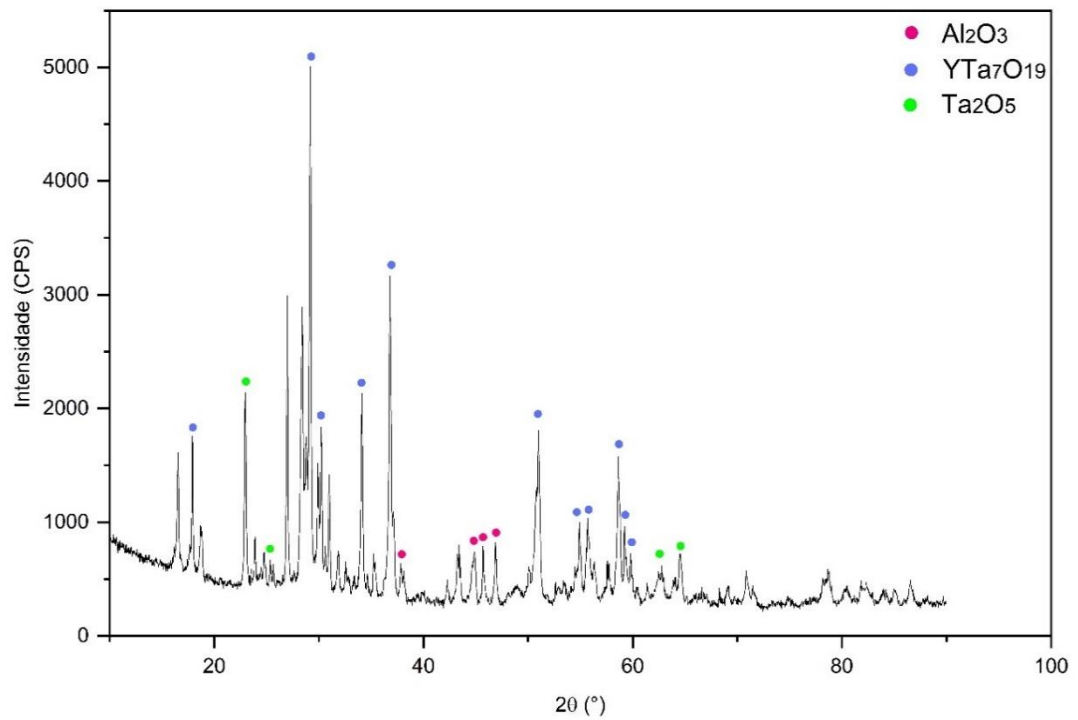
#### 5.6 AMOSTRA 6 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 70,23Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 13,10Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 33 mostra o difratograma de raios X da amostra 6 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-70,23Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-13,10Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h. De acordo com a seção isotérmica proposta inicialmente, esta composição está localizada na região trifásica de YT<sub>3</sub>O<sub>9</sub>+YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>+AlTaO<sub>4</sub>. Os resultados têm indicado a presença de picos majoritários das fases Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>. Apenas alguns picos minoritários não foram identificados no DRX desta amostra. Tratamento térmico mais prolongado pode contribuir para a obtenção do equilíbrio termodinâmico.

Neste contexto, a figura 34 mostra o difratograma da amostra 6 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 70,23Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 13,10Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h. As seguintes fases foram indexadas: YTaO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, AlTaO<sub>4</sub> e Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>.

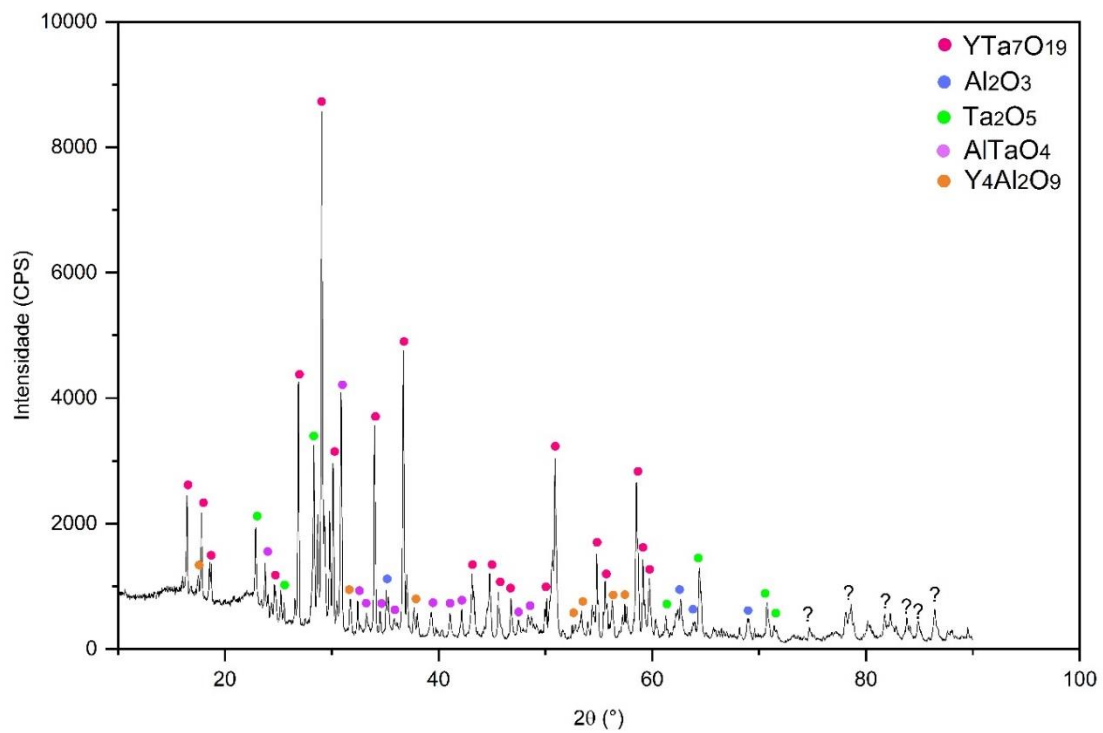
A imagem de MEV e os resultados de EDS das fases presentes na amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h estão apresentados na figura 35 e na Tabela 17, respectivamente. A microestrutura desta amostra indicou a presença das fases YTaO<sub>4</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, AlTaO<sub>4</sub> e Y<sub>4</sub>Al<sub>2</sub>O<sub>9</sub>. Outras regiões ricas em Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram também identificadas na microestrutura, indicando que esta amostra não atingiu o equilíbrio termodinâmico.

Figura 33 - Difratoograma de raios X da amostra 6 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

Figura 34 - Difratoograma de raios X da amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

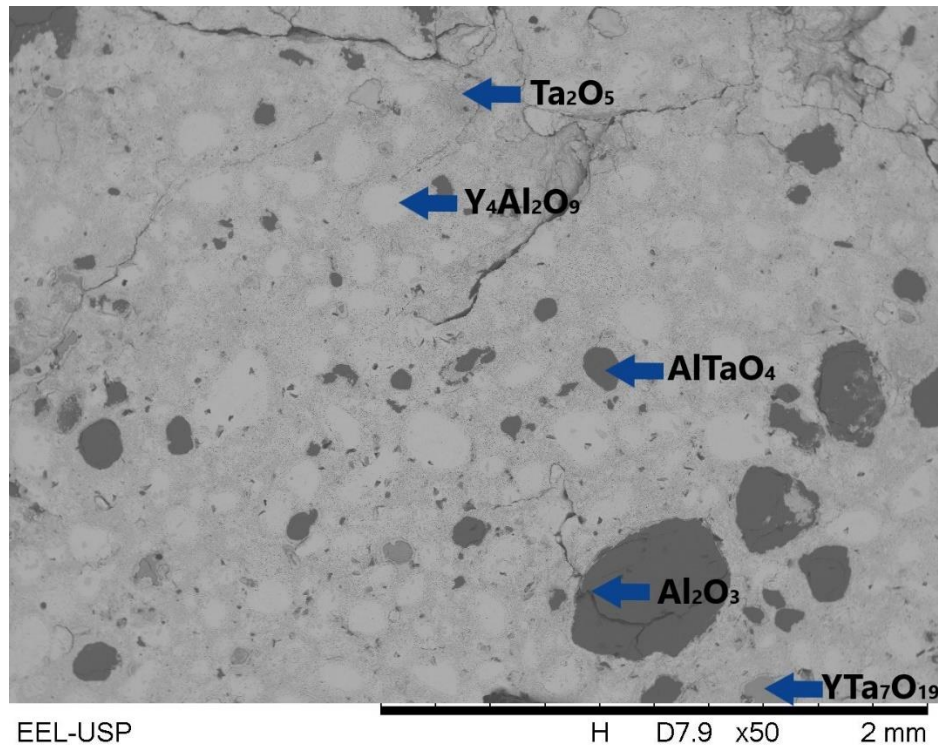


Fonte:

Fonte: Autor, 2023.



Figura 35 - Imagem de MEV da amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Amostra 6

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 17 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
YTa <sub>7</sub> O <sub>19</sub>	0,4	17,5	17,4	64,6
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	37,6	0,1	0,6	61,8
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	8,9-1,49	0-0,5	22,3-29,5	68,8-68,4
AlTaO <sub>4</sub>	6,2	6,3	19,1	68,33
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	8,7	18,7	8,7	69,2
Global	9,4	3,4	18,3	68,8

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 6 não está contida na região trifásica de AlTaO<sub>4</sub>+YT<sub>3</sub>O<sub>9</sub>+YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>. A Tabela 18 apresenta os dados cristalográficos das fases presentes na amostra 6.

Tabela 18 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 6 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
YT <sub>7</sub> O <sub>19</sub> *	04-005-7941	Haxagonal	Pmna	201
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	043498	Ortorrômico	C2mm	38
AlTaO <sub>4</sub>	067676	Ortorrômico	Pbcn	60
Y <sub>4</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>9</sub>	051077	Monoclínica	P21/c	14

\*Pearson's Crystal Data

Fonte: Autor, 2023.

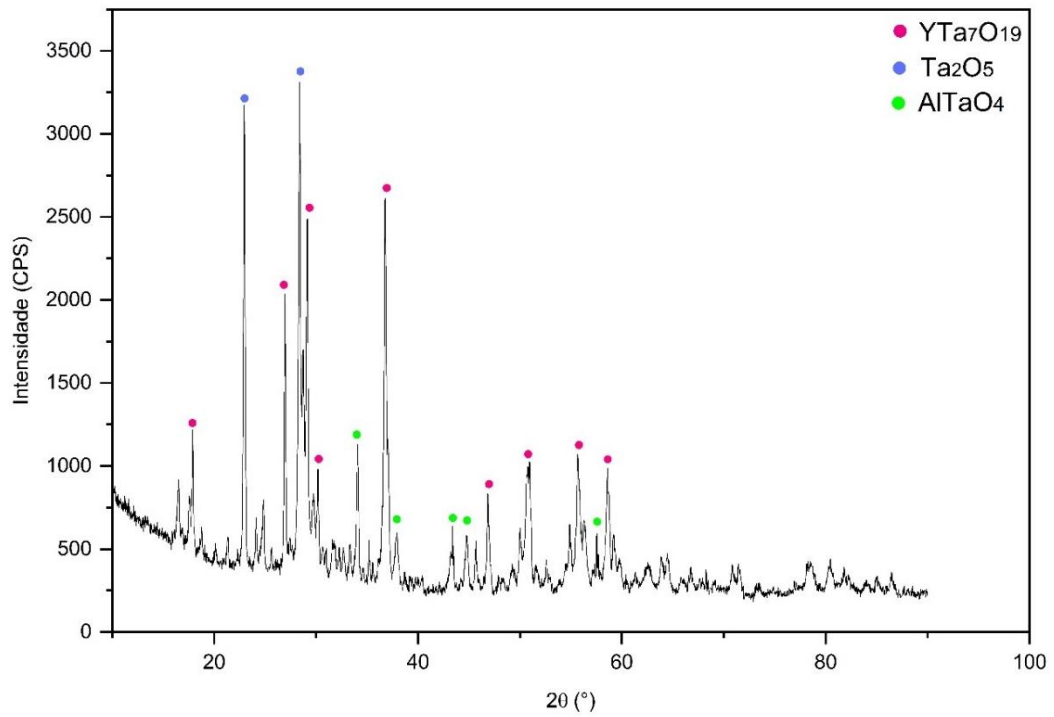
Ambas as amostras 13 (25Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-75Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> %-molar) e 14 (75Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-25Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> %-molar) estão também localizadas na região bifásica de AlTaO<sub>4</sub>+Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> e AlTaO<sub>4</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, respectivamente.

#### 5.7 AMOSTRA 7 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 78,57Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 4,76Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 36 mostra o difratograma de raios X da amostra 7 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-78,57Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-4,76Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h, a qual está localizada na região trifásica de YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, AlTaO<sub>4</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, da seção isotérmica inicialmente proposta. Os picos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> desapareceram, enquanto os picos majoritários das fases YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, AlTaO<sub>4</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> foram indexados no DRX desta amostra. No entanto, picos minoritários não foram indexados, sugerindo que tempos mais prolongados se tornam necessários para a obtenção das condições de equilíbrio.

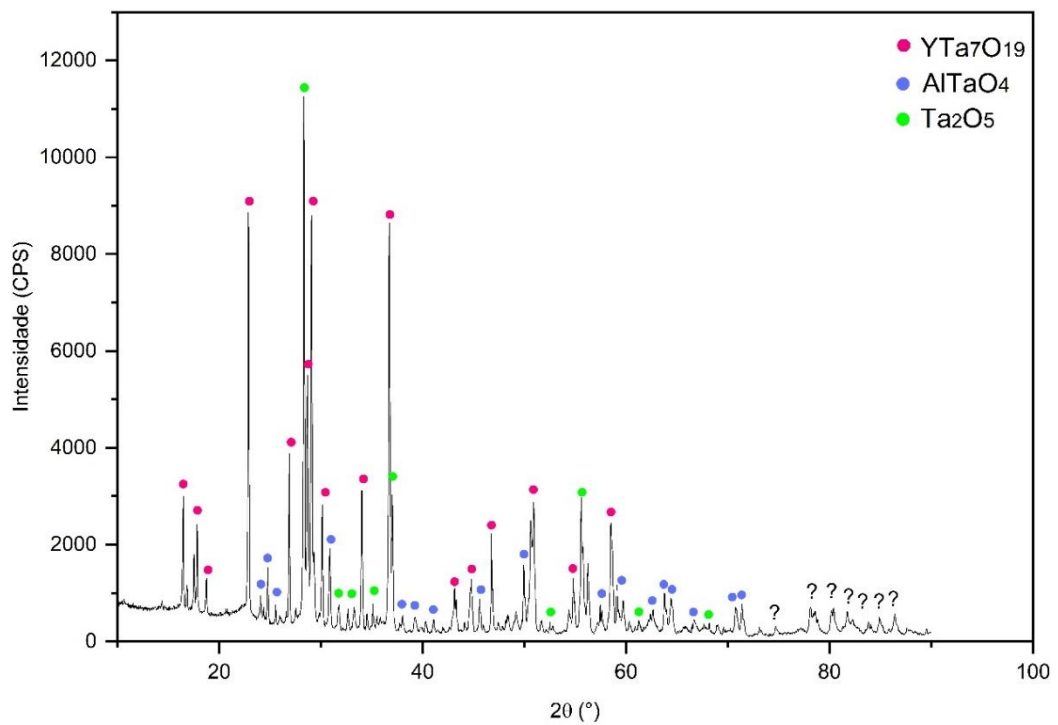
A figura 37 mostra o difratograma da amostra 7 (16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 78,57Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 4,76Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h. As seguintes fases foram indexadas: YT<sub>7</sub>O<sub>19</sub>, AlTaO<sub>4</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

Figura 36 - Difratoograma de raios X da amostra 7 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

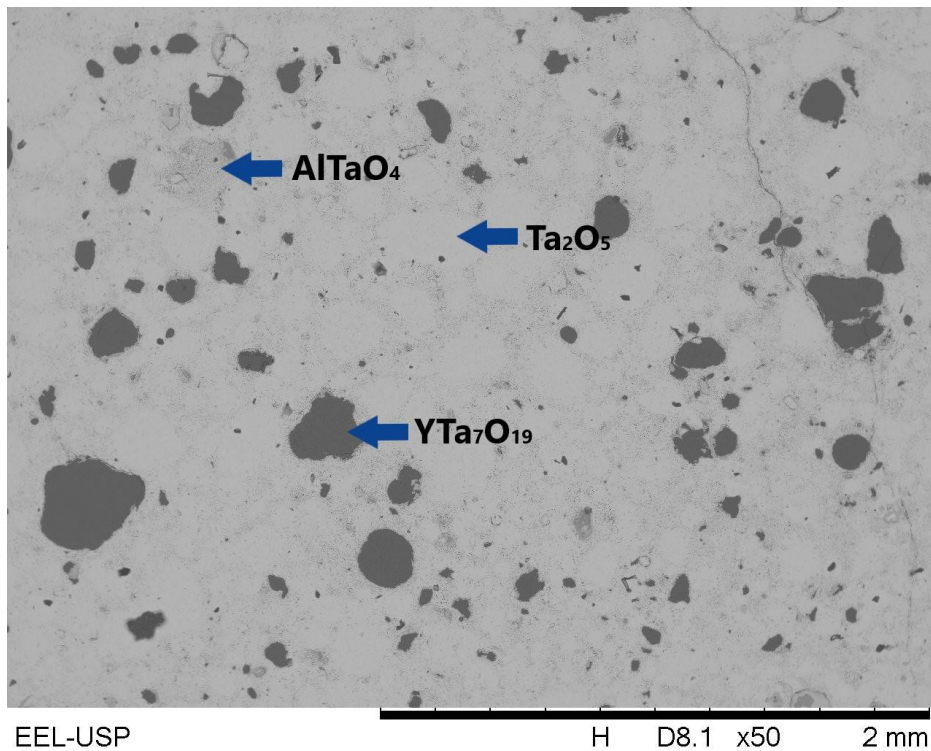
Figura 37 - Difratoograma de raios X da amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Fonte: Autor, 2023.

A imagem de MEV e os resultados de EDS das fases presentes na amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h estão apresentados na figura 38 e na Tabela 19, respectivamente. A microestrutura desta amostra indicou a presença das fases  $YTa_7O_{19}$ ,  $AlTaO_4$  e  $Ta_2O_5$ . Os resultados de EDS revelaram que as fases  $AlTaO_4$  e  $Ta_2O_5$  dissolveram teores de ítrio desprezíveis, enquanto a fase  $YTa_7O_{19}$  dissolveu 0,3 %-at. de íons de Al. Estes resultados confirmaram a existência da região trifásica de  $AlTaO_4 + YTa_7O_{19} + Ta_2O_5$ .

Figura 38 - Imagem de MEV da amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



EEL-USP

Amostra 7

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 19 - Resultados obtidos por EDS para amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
$YTa_7O_{19}$	0,3	3,9	26,9	68,9
$AlTaO_4$	14,0	0	18,5	67,5
$Ta_2O_5$	1,3	0	28,7	70,0
Global	8,05	1,13	21,10	69,72

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 7 está contida na região trifásica de  $\text{AlTaO}_4 + \text{YTa}_7\text{O}_{19} + \text{Ta}_2\text{O}_5$ . A Tabela 20 apresenta os dados cristalográficos das fases presentes na amostra 7.

Tabela 20 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 7 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
$\text{AlTaO}_4$	067676	Ortorrômbico	Pbcn	60
$\text{YTa}_7\text{O}_{19}$ *	04-005-7941	Haxagonal	Pmna	201
$\text{Ta}_2\text{O}_5$	043498	Ortorrômbico	C2mm	38

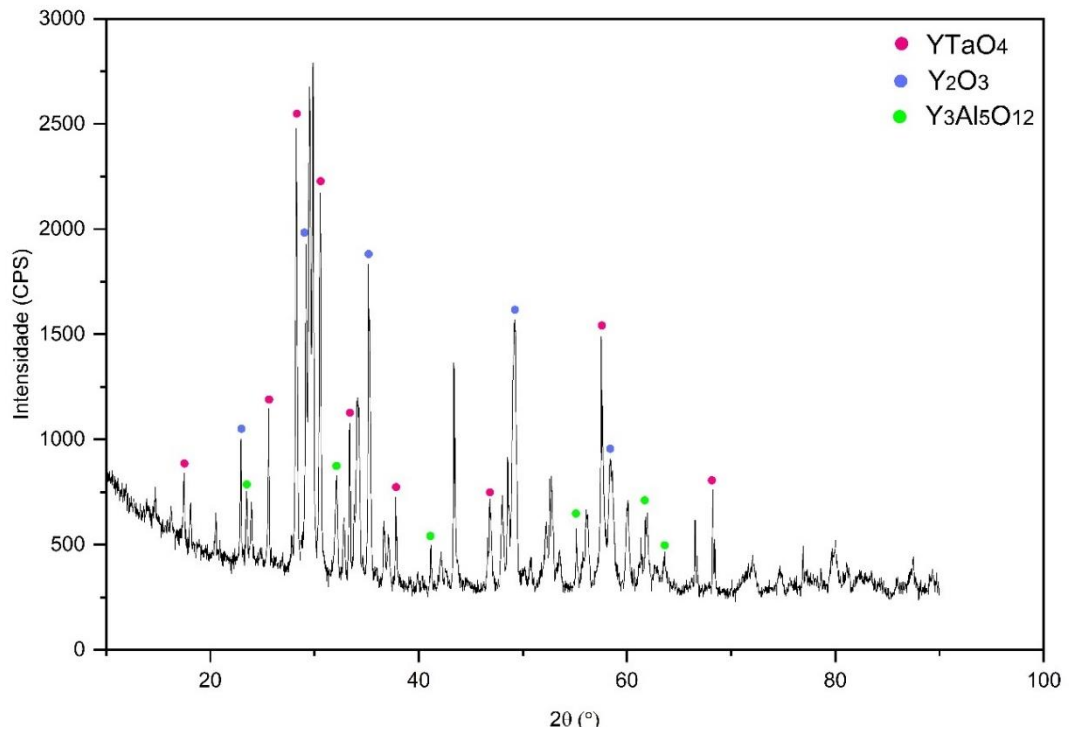
\*Pearson's Crystal Data  
Fonte: Autor, 2023.

### 5.8 AMOSTRA 8 (54,16 $\text{Al}_2\text{O}_3$ - 16,67 $\text{Ta}_2\text{O}_5$ - 29,17 $\text{Y}_2\text{O}_3$ %-molar)

A figura 39 mostra o difratograma de raios X da amostra 8 (54,16 $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 16,67 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  - 29,17 $\text{Y}_2\text{O}_3$  %-molar) tratada termicamente a 1300°C por 72 h. De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, esta composição está localizada na região trifásica de  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12} + \text{YAlO}_3 + \text{AlTaO}_4$ . Os resultados têm indicado a presença de picos de  $\text{YTaO}_4$  e  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ , além de picos de  $\text{Y}_2\text{O}_3$ , indicando que tempos mais prolongados se tornam necessários para a obtenção do equilíbrio termodinâmico. Além destes, outros picos minoritários não foram também identificados.

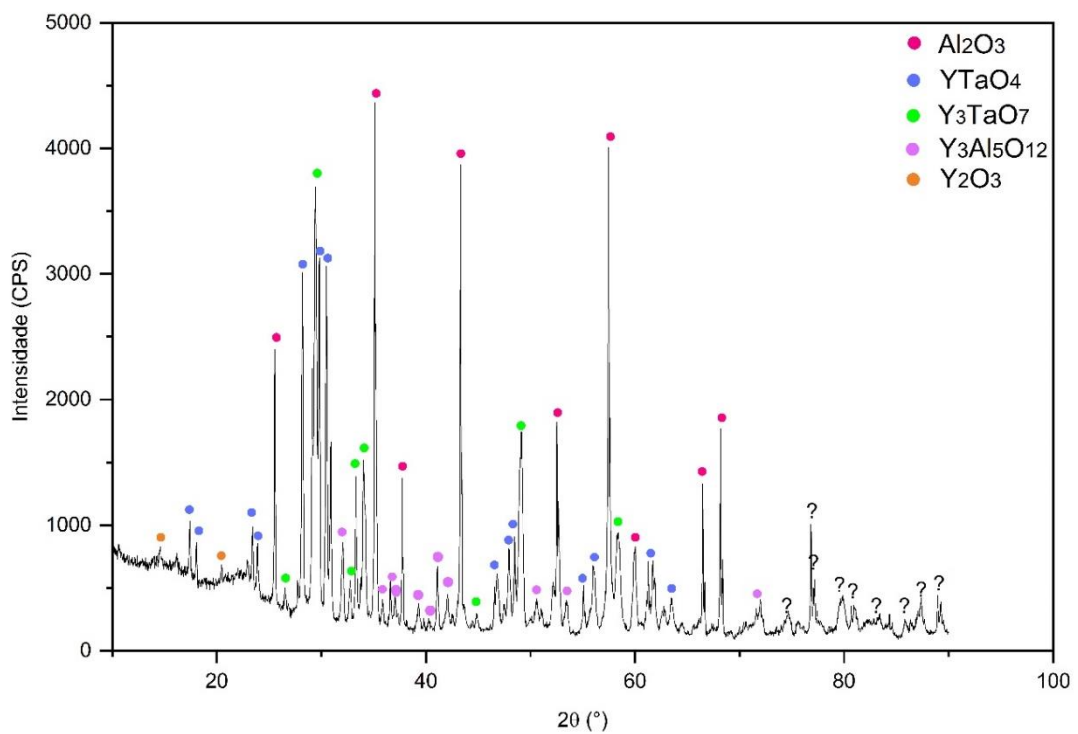
Para confirmação dos resultados anteriores, a amostra 8 (54,17 $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 16,67 $\text{Ta}_2\text{O}_5$  - 29,17 $\text{Y}_2\text{O}_3$  %-molar) foi tratada termicamente à 1300°C por 222 h. A figura 40 mostra o difratograma de raios X desta amostra. De acordo com os resultados, foram identificados a presença dos picos de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{YTaO}_4$ ,  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$ ,  $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$  e  $\text{Y}_2\text{O}_3$ .

Figura 39 - Difratoograma de raios X da amostra 8 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h



Fonte: Autor, 2023.

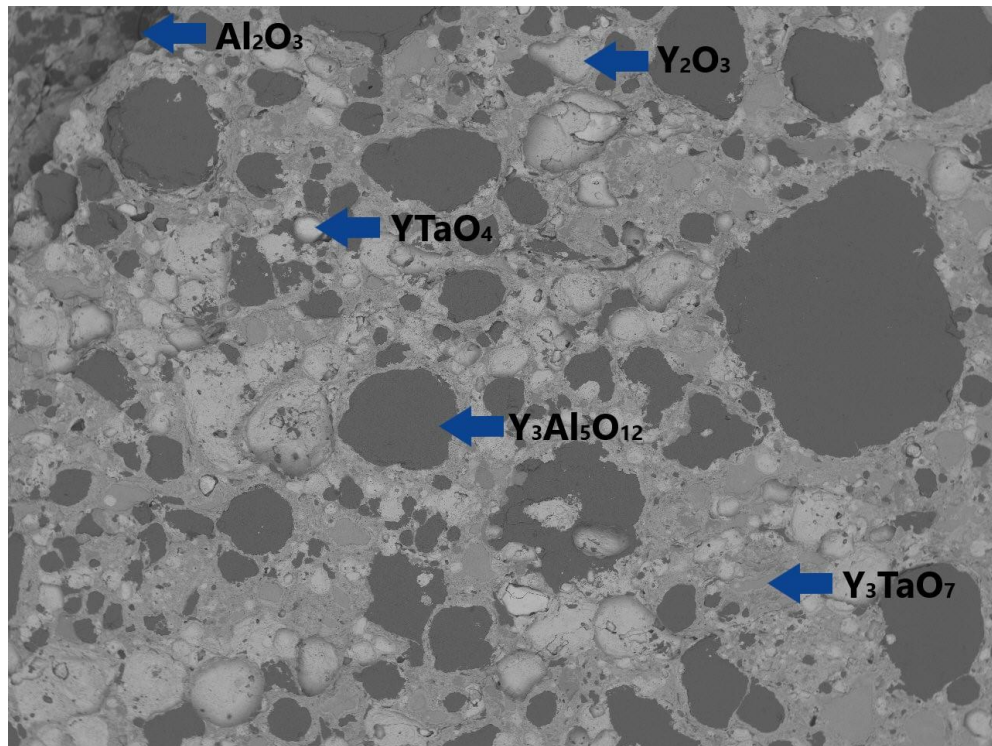
Figura 40 - Difratoograma de raios X da amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Fonte: Autor, 2023.

A figura 41 apresenta a imagem de MEV da amostra 8 ( $54,17\text{Al}_2\text{O}_3 - 16,67\text{Ta}_2\text{O}_5 - 29,17\text{Y}_2\text{O}_3$  %-molar) tratada termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h, enquanto a Tabela 21 mostra os resultados de EDS das fases presentes na microestrutura desta amostra. De acordo com os resultados de DRX, o ítrio está presente em uma fase ( $\text{Y}_3\text{Al}_5\text{O}_{12}$ ), enquanto o tântalo está presente em  $\text{AlTaO}_4$  e  $\text{Y}_3\text{TaO}_7$ . Devido ao fato das dimensões pequenas das fases na microestrutura desta amostra, não foi possível realizar medidas em regiões isoladas, contendo uma única fase.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  exibiu solubilidade de 0,3 %-at. e 0,1 %-at. de íons de Y e Ta, respectivamente, indicando que a amostra não atingiu o equilíbrio termodinâmico.

Figura 41 - Imagem de MEV da amostra 8 tratada termicamente à  $1300^\circ\text{C}$  por 222 h



EEL-USP

H D8.3 x50 2 mm

Amostra 8

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 21 - Resultados de EDS (%-at.) das fases presentes na amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	38,9	0,3	0,1	60,7
YTaO <sub>4</sub>	11,2	9,2	8,3	71,2
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	2,8	16,9	15,9	64,4
Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	22,7	7,1	3,4	66,7
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	6,1	8,8	7,7	77,3
Global	22,71	7,26	3,76	66,26

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 8 não está contida na região trifásica de YAlO<sub>3</sub>+AlTaO<sub>4</sub>+Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>.

A Tabela 22 mostra os dados cristalográficos das fases presentes na amostra 8.

Tabela 22 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 8 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	N° Grupo Espacial
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
Y <sub>3</sub> TaO <sub>7</sub>	010059	Ortorrômbico	C2221	20
Y <sub>3</sub> Al <sub>5</sub> O <sub>12</sub>	067102	Cúbico	Ia-3d	230
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206

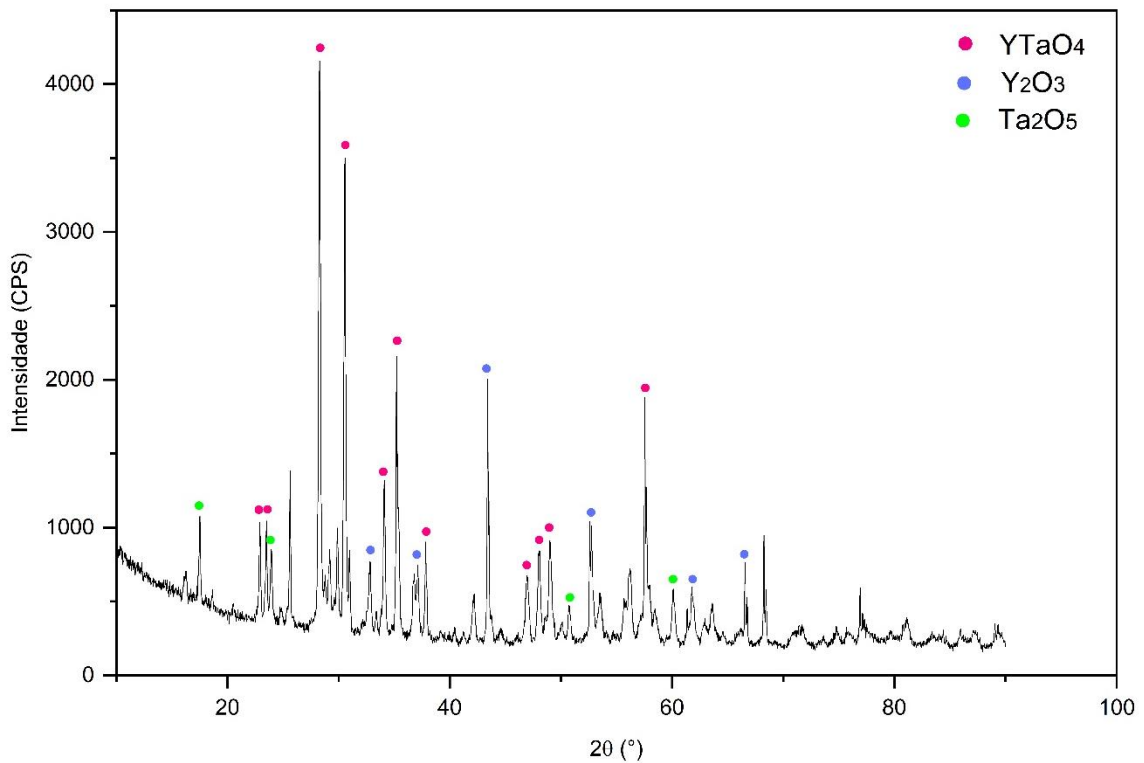
Fonte: Autor, 2023.

### 5.9 AMOSTRA 9 (70,83Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 25,00Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar)

A figura 42 apresenta o difratograma de raios X da amostra 9 (70,83Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - 25,00Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente. De acordo com a seção isotérmica a 1300°C inicialmente proposta, esta composição está localizada na região trifásica de Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+AlTaO<sub>4</sub>. De acordo com os resultados, foram confirmadas presenças de picos das fases YTaO<sub>4</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>. Além disso, outros picos minoritários não foram identificados no DRX desta amostra, sugerindo que as condições de equilíbrio não foram atingidas.



Figura 42 - Difratoograma de raios X da amostra 9 após o tratamento térmico à 1300°C por 72h

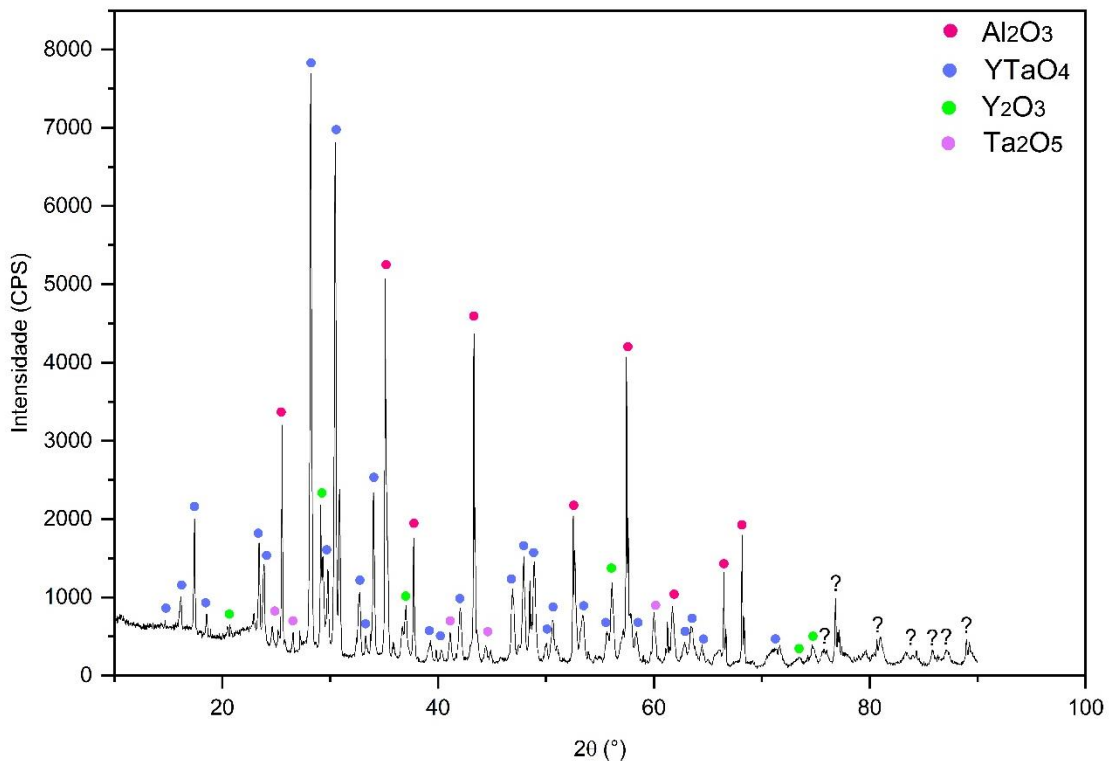


Fonte: Autor, 2023.

A figura 43 mostra o difratograma de raios X da amostra 9 (70,83Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 12,50Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h, o qual indicou a presença de picos de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, YTaO<sub>4</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>.

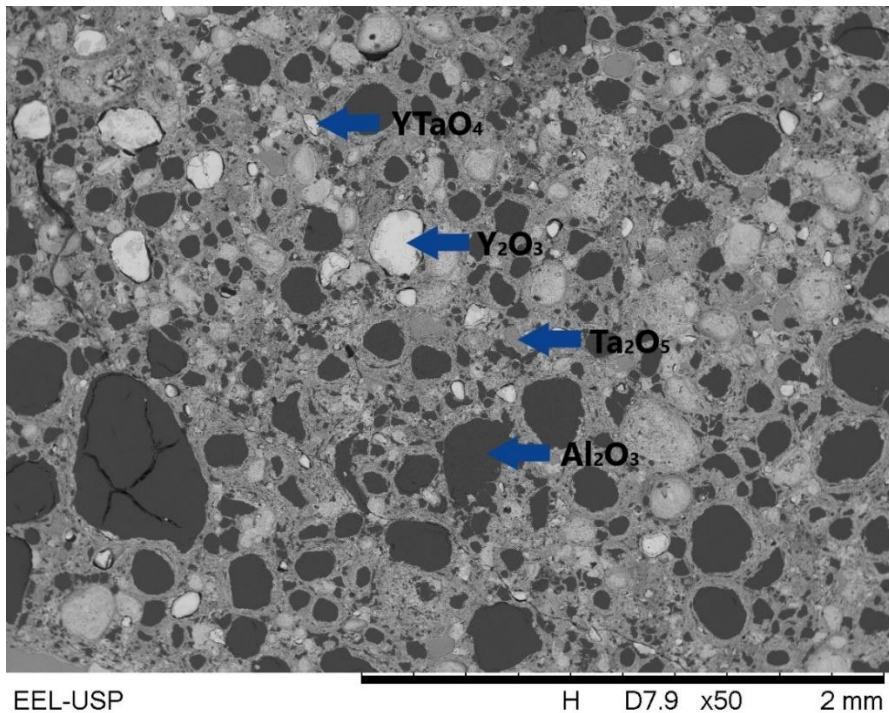
A figura 44 apresenta a imagem de MEV da amostra 9 (70,83Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> – 16,67Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> – 12,50Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> %-molar) tratada termicamente à 1300°C por 222 h, enquanto a Tabela 23 mostra os resultados de EDS das fases presentes nesta amostra. De acordo com os resultados de EDS, o Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dissolveu entre 0,2,-0,1 e 0,3-0,2 %-at. de íons de Y e Ta, respectivamente. Estes resultados não confirmaram a existência da região trifásica de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>+AlTaO<sub>4</sub>.

Figura 43 - Difratoograma de raios X da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Fonte: Autor, 2023.

Figura 44 - Imagem de MEV da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h



Amostra 9

Fonte: Autor, 2023.

Tabela 23 - Resultados de EDS (%-at.) da amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase/elemento	Al (%-at.)	Y (%-at.)	Ta (%-at.)	O (%-at.)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	36,3-36,7	0,2-0,1	0,3-0,2	63,2-63,0
YTaO <sub>4</sub>	5,8	15,8	13,9	76,3
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	7,2	27,7	0,6	64,6
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	4,5	0,5	26,4	68,6
Global	23,3	3,3	4,5	68,9

Fonte: Autor, 2023.

A Tabela 24 mostra os dados cristalográficos das fases presentes na amostra 9:

Tabela 24 - Dados cristalográficos das fases presentes na amostra 9 tratada termicamente à 1300°C por 222 h

Fase	Ficha ICSD	Sistema Cristalino	Grupo Espacial	Nº Grupo Espacial
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	075560	Romboedro	R-3c	167
YTaO <sub>4</sub>	020265	Monoclínica	P2/a	13
Y <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	080033	Cúbico	Ia-3	206
Ta <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	043498	Ortorrômbico	C2mm	38

Fonte: Autor, 2023.

De acordo com a seção isotérmica inicialmente proposta, a amostra 9 não está contida na região trifásica de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>+Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>+AlTaO<sub>4</sub>.

## 6 CONCLUSÕES

Após o tratamento térmico a 1300°C por 72h e 222h, as seguintes regiões trifásicas de  $Y_2O_3+Y_4Al_2O_9+Y_3TaO_7$  e  $YT_a_7O_{19}+AlTaO_4+Ta_2O_5$  foram determinadas a partir das composições químicas de 11,11Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 8,33Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-80,56Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 16,67Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-78,57Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-4,76Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%-molar), respectivamente.

Tempos de moagem mais prolongados podem contribuir para a obtenção de misturas de pós mais homogêneos. O uso de pós precursores com menores tamanhos de partículas, assim como tempos mais prolongados e temperaturas mais elevadas de tratamento térmico podem contribuir para a obtenção de microestruturas de equilíbrio.

## 7 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Com objetivo de dar continuidade aos estudos envolvendo as cerâmicas de  $\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Y}_2\text{O}_3+\text{Ta}_2\text{O}_5$ , seguem algumas sugestões para trabalhos futuros:

- Alterar o processo de homogeneização durante a preparação das amostras;
- Determinação dos teores de Al, Y, Ta e O das fases, com auxílio de microanálises via WDS (espectroscopia de raios X por comprimento de onda), utilizando um MEV-FEG com baixa tensão, para minimizar a interferência de fases vizinhas;
- Criação de uma nova ficha cristalográfica para a fase  $\text{AlTaO}_4$ , a partir de dados cristalográficos já existentes.

## REFERÊNCIAS

ABELL, D. S. *et al.* An investigation of phase stability in the  $Y_2O_3-Al_2O_3$  system. **Journal of Materials Science**, [s. l.], v. 9, n. 4, p. 527-537, 1974.

AUERKAKI, P. Mechanical and physical properties of engineering alumina ceramics. **Technical research centre of Finland**. Finland, n. 1972, p.1-26. 1996.

BONDAR, I.A. , KALININ A.I., KOROLEVA L.N.. Physico chemical investigation of the system  $Y_2O_3-Ta_2O_5$  and synthesis of single crystals of a series of niobates. **Inorganic Materials**, [s. l.], p. 1649-1650, 1974.

CALLISTER JR., William D. **Ciência e Engenharia dos Materiais** - Uma Introdução. 5ª Edição. Rio de Janeiro: Editora Guanabara, 2008.

CHINELATTO, A.S.A. **Evolução Microestrutural durante a sinterização de pós finos e de alta pureza de alumina**. 2002, 88f. Tese (Doutorado em Ciência e Engenharia dos Materiais) – Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP, 2002.

DIGNE, M. *et.* Al. Structure and stability of aluminium hydroxides: A theoretical study. **J. Phys. Chem. B.**, [s. l.], v. 106, p. 5155-5162, 2002.

GODOY, A. L. E.; BRASSIANI, J. C.; BRESSIANI, A. H. A. Cerâmicas à base de SiC:  $Al_2O_3-Y_2O_3$  com adição de polímeros precursores. **Cerâmica**, São Paulo, v.54, n.329, p. 110-119, Mar. 2008.

JIANG, Y. *et al.* Phase relations in the  $SiC-Al_2O_3-Y_2O_3$  system. **Materials Letters**, n. 165, p. 26-28, 2016.

MAKOVECA, D.; ZUO, J. M.; TWESTEN, R.; PAYNE, D. A. A high temperature structure for  $Ta_2O_5$  with modulations by  $TiO_2$  substitution. **Journal of Solid State Chemistry**, v.179, n.6, p.1782-1791, 2006.

NOLZE, G.; KRAUS, W. PowderCell 2.0 for Windows. **Powder Diffraction**, v. 13, p. 256 - 259, 1998.

NAMUR, R. S. **Influência do eletrólito ácido e do método de obtenção no crescimento e propriedades de óxidos anódicos de tântalo para aplicações biomédicas**, 2014, 98f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Ciência de Materiais) - Universidade Federal do Paraná. Curitiba, PR, 2014.

SEPULVEDA, P., Gelcasting foam for porous ceramics, **American Ceramic Society Bulletin**, [s. l.], v.76, n. 10, pp. 61-65, Oct. 1997.

SEPULVEDA, P., BINNER, J.G.P., Processing of cellular ceramics by foaming and in situ polymerization of organic monomers, **Journal of the European Ceramic Society**, [s. l.], v. 19, pp. 2059-2066, Oct. 1999.

SEPULVEDA, P.; ORTEGA, F. S.; INNOCENTINI, M. D. M., *et al.* Properties of highly porous hydroxyapatite obtained by the gelcasting of foams. **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v.83, n.12, pp. 3021-3024, 2000.

SHEN, J. **Advanced Ceramics for dentistry**. 1. Ed. [s. l.]: Butterworth-Heinemann, 2013.

SIGMUND, W.M., BELL N.S., BERGSTROM, L., Novel powder-processing methods for advanced ceramics, **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 83, n. 7, pp. 1557-1574, Jul. 2000.

SURYANARAYANA, C. Mechanical alloying and milling. **Progress in Materials Science**, [s. l.], v. 46, n. 1-2, p. 01-184, Jan. 2001.

THERMO FISHER SCIENTIFIC. **Lindberg/Blue M™ Moldatherm™ Box Furnaces**. 2023. Disponível em:

<https://www.thermofisher.com/order/catalog/product/BF51794C>. Acesso em: 10 maio 2023.

TONELLO, K. P. S.; Compósitos de alumina com adições de NbC, TaC e TiC para aplicação em ferramentas de corte. **Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares** – Autarquia Associada à Universidade de São Paulo, [s. l.], p. 66 a 75, 2013.

TORRES, C. S.; SHAEFFER, L. Efeito da moagem de alta energia na morfologia e compressibilidade do compósito WC-Ni. **Matéria (Rio de Janeiro)**, Rio de Janeiro, v. 15, n. 1, p. 88-95, jan. 2010.

VASIL'EV, V.S., PINAEVA M.M., and S.F. SHKIRMAN, Subsolidus Phase Equilibria in the Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub>- Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> System. **Russian Journal of Inorganic Chemistry**, [s. l.], v. 24, p. 57-59, 1979.

YOKOGAWA, Y., YOSHIMURA, M., Formation and stability regions of the high-temperature fluorite-related phase in the R<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Ta<sub>2</sub>O<sub>5</sub> system. **Journal of the American Ceramic Society**, v.80, p. 1965-1974, 1997.

YOUNG, A.C., OMATETE, O.O., JANNEY, M.A., *et al.*, Gelcasting of alumina, **Journal of the American Ceramic Society**, [s. l.], v. 74, n. 3, pp. 612-618, 1991.

ZUEV, M. G. Phase relations in ternary oxide systems of Group III and VB elements in a subsolidus region. **Russian Chemical Reviews**, [s. l.], v. 69, p. 551-571, 2000.