

INFLUÊNCIA DA UTILIZAÇÃO DE UM MOINHO DE ALTA ENERGIA NO PROCESSAMENTO DE CERÂMICAS DE AL₂O₃ – NB₂O₅ - LIF*

Pedro Henrique Poubel Mendonça da Silveira¹

Eliziane Medeiros dos Santos²

Márcio Jardim de Oliveira³

Hiron Akira Yamada Magalhães⁴

Luana Cristyne da Cruz Demosthenes⁵

Raphael Henrique Moraes Reis⁶

Paulo Roberto Rodrigues de Jesus⁷

Jheison Lopes dos Santos⁸

Alaelson Vieira Gomes⁹

Resumo

Em processamento de alumina, um dos métodos de moagem mais utilizados é o moinho de bolas. É um processo demorado, custoso, além de não reduzir a temperatura de sinterização mantendo altos valores de densificação. Visto isso, foi feita uma comparação desse método com o moinho de alta energia. Utilizou-se pós de Alumina aditivados com nióbia e fluoreto de lítio, polietilenoglicol como ligante, adição de álcool 92,8° e bolas de alumina. Foram preparados corpos a verde por prensagem uniaxial à frio e sinterizados à 1300°C e 1400°C. Com o ensaio de Arquimedes, houve melhora na densificação das amostras processadas com o moinho de alta energia, com valores médios de densificação à 1300°C em 89,96%, com densidade média de 3,5962g/cm³, à 1400°C em 91,06% de densificação média e 3,6394g/cm³ de densidade média. Já no moinho de bolas, à 1300°C resultou em 79,39% e 3,1734 g/cm³, e à 1400°C, 89,90% e 3,5934 g/cm³.

Palavras-chave: Processamento Cerâmico; Moagem; Alumina; Sinterização.

INFLUENCE ON THE USE OF A HIGH ENERGY MILL IN THE PROCESSING OF AL₂O₃ – NB₂O₅ – LIF CERAMICS.

Abstract

In alumina processing, one of the most widely used grinding methods is the ball mill. It is a time-consuming, costly process, as well as not reducing the sintering temperature while maintaining high densification values. Considering this, a comparison of this method with the high energy mill was made. Alumina powders added with niobium and lithium fluoride, polyethylene glycol as binder, addition of 92.8° alcohol and alumina beads were used. Green bodies were prepared by cold uniaxial pressing and sintered at 1300°C and 1400°C. With the Archimedes assay, there was an improvement in the densification of the samples processed with the high energy mill, with mean densification values at 1300°C in 89,96%, with a mean density of 3.5962 g/cm³, at 1400°C in 91,06% average density and 3.6394 g/cm³ average density. Already in the ball mill, at 1300°C resulted in 79,39% and 3.1774 g/cm³, and at 1400°C, 89,90% and 3.5934 g/cm³.

Keywords: Ceramic Processing; Milling; Alumina; Sintering.

¹ Bacharel em Engenharia Mecânica, Mestrando em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

² Bacharel em Engenharia Civil, Mestranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.

- ³ *Bacharel em Engenharia Mecânica, Mestre em Engenharia de Materiais e de Processos Químicos e Metalúrgicos, Doutorando em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁴ *Bacharel em Engenharia Elétrica, Mestrando em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁵ *Bacharel em Engenharia Civil, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutoranda em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁶ *Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestrando em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁷ *Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutorando em Ciência dos Materiais Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁸ *Licenciado em Física, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutor em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*
- ⁹ *Bacharel em Engenharia Metalúrgica, Mestre em Ciência dos Materiais, Doutor em Ciência dos Materiais, Professor do Curso de Engenharia de Materiais e Pós-Graduação em Ciência dos Materiais, Seção de Engenharia de Materiais SE/8, Instituto Militar de Engenharia, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

1 INTRODUÇÃO

Materiais cerâmicos como a alumina, são pesquisados e aprimorados há mais de uma década, com o intuito no uso da aplicação na blindagem balística de viaturas militares, por conta de possuir um baixo peso e elevada dureza, fazendo com que os projéteis se fragmentem durante o impacto.

Devido a sua alta resistência à compressão e dureza, muitos materiais cerâmicos são usados como o primeiro componente em um sistema de blindagem multicamadas. Sua principal função é dissipar a maior parte da energia do projétil, através da erosão e fragmentação de sua ponta, e como efeito há a fragmentação da camada cerâmica [2-3].

Na segunda camada da blindagem, atrás da cerâmica, pode ser utilizada uma fibra polimérica de elevada resistência, como aramida ou polietileno de ultra alto peso molecular (UHMWPE), ou então por compósitos de matriz polimérica e fibras (sintéticas e/ou naturais). A função da camada intermediária é reter os fragmentos gerados da primeira camada, que constitui um material frágil, bem como ajudar na dissipação da energia do projétil [1].

O uso de aditivos de sinterização em frações relativamente pequenas é de fundamental importância no aumento das propriedades do material cerâmico, aliado ao controle microestrutural [7-9]. A alumina (Al_2O_3), mesmo como um dos mais importantes cerâmicos de engenharia, apresenta características negativas, como baixa resistência à tração, alta fragilidade e baixa tenacidade [8-10].

Com o objetivo de melhorar seus pontos negativos no assunto das propriedades, vários aditivos são utilizados como agentes que otimizam a sinterização. Dentre os aditivos mais utilizados, está o óxido de nióbio (Nb_2O_5), principalmente pelo seu potencial em reduzir a temperatura de sinterização da alumina para 1450°C com a adição em peso de 4% [4-11].

Outro aditivo utilizado na sinterização em cerâmicos à base de Al_2O_3 é o fluoreto de lítio (LiF), este tem a função de contribuir na formação de fases que sofram fusão durante a sinterização, otimizando o processo [12-14].

Visando o aprimoramento do sistema cerâmico à base de alumina, Gomes [4] buscou reduzir a temperatura de sinterização da alumina. Para isto, adicionou diferentes frações em peso de nióbia à alumina, utilizando diversas temperaturas de sinterização. Em seus resultados, foi verificado que a adição de 4% de nióbia na alumina possibilitou a redução da temperatura de sinterização deste cerâmico de 1600°C para 1450°C , mantendo sem perda na capacidade protetiva.

Posteriormente, Jesus [5] aditivou o composto cerâmico $\text{Al}_2\text{O}_3 - 4\%\text{Nb}_2\text{O}_5$ com LiF para reduzir ainda mais a temperatura de sinterização. Trabalhou com frações de 1%, 2% e 3% em peso de LiF. Foi observado que a adição de 1% permitiu uma boa densificação (da ordem de 90% da densidade teórica) na temperatura de sinterização de 1350°C .

Santos [6], otimizou a adição de LiF em 0,5% em peso, obtendo por volta de 90% da densificação teórica a 1300°C .

Partindo destes princípios, o objetivo deste trabalho se dá em avaliar a densificação do sistema cerâmico $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, através da alteração do método de moagem, já que em trabalhos anteriores, [4-5-6-11] foram utilizados moinho de bolas para a moagem dos pós cerâmicos.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

A alumina utilizada neste estudo foi adquirida pela empresa Treibacher Schleifmittel. Possui tamanho de grão de 3 μm segundo o fabricante. Segue abaixo na **Tabela 1**, a composição da alumina.

Tabela 1. Composição da Alumina utilizada.

Elemento	Quantidade (%)	Especificação
Al_2O_3	99,4	Min. 99,1
SiO_2	0,04	Máx. 0,06
Fe_2O_3	0,04	Máx. 0,06
Na_2O	0,11	Máx. 0,15
Umidade a 300°C	0,2	Máx. 0,5

A nióbia HP utilizada foi fornecida pela CBMM Brasil, segue abaixo na **Tabela 2** a composição da nióbia utilizada neste estudo.

Tabela 2. Composição da Nióbia utilizada.

Elemento	Quantidade
Nb_2O_5 (%)	99,5
Ta (ppm)	745
Ti (ppm)	240
Fe (ppm)	136
Sn (ppm)	95
Si (ppm)	66

O fluoreto de lítio, também utilizado como aditivo de sinterização neste estudo, foi fornecido pela fabricante VETEC. Segue abaixo na **Tabela 3** a composição do fluoreto de lítio.

Tabela 3. Composição do Fluoreto de Lítio utilizado.

Elemento	Quantidade (%)
LiF	98
Cl	0,02
HF	0,02
SO4	0,02
Fe	0,005
Cu	0,005
Ni	0,005
Pb	0,005

Para dar resistência ao corpo verde, foi utilizado um ligante orgânico polietilenoglicol, PEG 400 da fabricante VETEC. Durante o processo de sinterização, o PEG é eliminado, sobrando apenas a alumina, nióbia e fluoreto de lítio. Segue abaixo na Tabela 4 as informações sobre o PEG 400 utilizado.

Tabela 4. Características e propriedades do PEG 400.

Elemento	Especificação
Metais Pesados	Máx. 5 ppm
Resíduo após ignição	Máx. 0,1%
Cor (apha)	Máx. 25
Viscosidade a 99°C (CST)	6,8 – 8,0
Água	Máx. 0,2%
Óxido de Etileno	Máx. 10 ppm
Massa Molecular, calculado como OH	380 – 420
Limites De meq/deg	Máx. 0,25%
Índice de Hidroxila	267,1 – 295,3 mg KOH/g
1,4 – Dioxano	Máx. 10 ppm
pH	4,5 – 7,5

2.2 Processamento Cerâmico

Foram misturados os pós de alumina, com aproximadamente 4% de nióbia, e 0,5% de fluoreto de lítio, e 1,5% de PEG 400, aquecido à 70°C para uma melhor solubilização. Em seguida, os pós foram levados para o processo de moagem, a primeira leva dos pós foi levada ao moinho de bolas modelo MA 500, da marca Marconi, no qual a moagem foi imersa por álcool, durante um período de 12h, seguido por secagem em estufa durante um período de 8h à uma temperatura de 70°C. A segunda leva dos pós foi levada para o processo de moagem em um moinho planetário da marca Retsch, modelo PM100, no qual a moagem durou cerca de 1h, com velocidade de 300rpm, e em seguida seguiu para a secagem em estufa, também em temperatura de 70°C. Foi verificado que nessa segunda leva, os pós secaram em apenas 2h.

A seguir os pós foram desaglomerados por meio de maceração, e foram peneirados utilizando uma peneira DIN 4188, com abertura de 0,255mm, com o auxílio de um agitador de peneiras modelo TWB, da marca GF.

A etapa seguinte pelo qual as misturas passaram foi a prensagem uniaxial a frio, no qual ocorreu a conformação mecânica dos pós e a produção do corpo verde. Uma matriz de 20 mm de diâmetro interno foi utilizada para a obtenção de 20 corpos de prova, cada um com aproximadamente 5 gramas da mistura do pó cerâmico, para o estudo do comportamento de sinterização, através das medidas de densidade e do percentual de densificação. Foi utilizada para a prensagem dos

corpos verdes uma prensa hidráulica com capacidade de 30 toneladas da marca SKAY. Inicialmente, foi aplicada uma pré-carga, de 15 MPa, por um período de 30 segundos para deixar a camisa flutuante suspensa, em seguida, a carga aplicada foi elevada para obter uma pressão total de 50 MPa, também com período de aplicação da carga de 30 segundos. Esta pressão já foi utilizada em outros trabalhos [5-12] e apresentou bons resultados.

A sinterização das amostras cerâmicas foi realizada em um forno FE1700, da marca INTI, com a seguinte rota de sinterização:

- 1) Aquecimento de 25°C a 158°C à razão de 1°C/min;
- 2) Plantio de aquecimento de 158°C durante 1 h;
- 3) Aquecimento de 158°C a 375°C à razão de 1°C/min;
- 4) Aquecimento de 375°C a 1000°C à razão de 8°C/min;
- 5) Aquecimento a partir de 1000°C até à temperatura final de sinterização (1300°C e 1400°C) à razão de 5°C/min;
- 6) Patamar de sinterização à temperatura de sinterização final (1300°C e 1400°C) durante 1h;
- 7) Arrefecimento a uma taxa de 3°C/min até 700°C, quando o forno foi desligado e arrefecido por sua própria inércia;

2.3 Caracterizações

2.3.1 Cálculo de Densidade e Densificação

A densidade teórica das amostras sinterizadas foi calculada a partir da regra das misturas, tomando como base os valores de densidade conhecidos para a alumina (3,98 g/cm³), nióbia (4,60 g/cm³) e fluoreto de lítio (2,64 g/cm³). Dessa maneira, foi obtido o valor de 3,998 g/cm³ para a densidade teórica (ρ_{teo}) da composição 99,5% (96% Al₂O₃+ 4% Nb₂O₅) + 0,50% LiF.

Após a sinterização, as amostras foram submetidas ao ensaio de Arquimedes, de acordo com a norma ABNT NBR 16667:2017 [13], com o intuito de calcular a densidade aparente e então a densificação com base na densidade teórica.]

Para isso, foi utilizado o ensaio de Arquimedes, este ensaio consiste em aquecer as amostras em água pura fervente, por período de 1 hora, com o intuito de remover ar e impureza dos poros. Logo após, cada uma das amostras foi suspensa em um suporte, imersa em água deionizada, podendo desta maneira, medir a massa imersa (m_i) de cada amostra. A seguir com um pano úmido ou um papel toalha, é retirado o excesso de água da amostra, e é pesado novamente para se determinar a massa úmida (m_u). Por fim, as amostras são secas em estufa por um período de 1 hora, para se determinar a massa seca (m_s).

A densidade aparente (ρ_{ap}) e a densificação ($dens\%$) foram calculadas conforme as equações 1 e 2, em que ρ_{liq} corresponde à densidade da água utilizada no ensaio, considerada como 1,0 g/cm³.

$$\rho_{ap} = \frac{m_s}{m_u - m_i} \rho_{liq} \quad (1)$$

$$(2) \quad \text{densif} \quad \% \quad = \frac{\rho_{ap}}{\rho_{teo}} \times 100\%$$

2.3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A microestrutura das amostras sinterizadas, tal como as suas superfícies de fratura, foram analisadas através de um microscópio eletrônico de varredura (MEV). Foi utilizado o microscópio da marca modelo QUANTA FEG 450 do Instituto Federal do Rio de Janeiro campus Paracambi (IFRJ).

Foi possível analisar a superfície de fratura das amostras, possíveis sítios de propagação de trincas, a formação de novas fases após a sinterização, bem como observar precipitados.

3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1 Densidade e Densificação

A seguir, na **Tabela 5**, são apresentados os valores de densidade e densificação médias dos quatro grupos de amostras sinterizadas tendo como base os dois métodos de moagem e as duas temperaturas de sinterização. Os valores de densificação encontrados, representam a relação da densidade aparente a partir da densidade teórica, calculada pela regra das misturas.

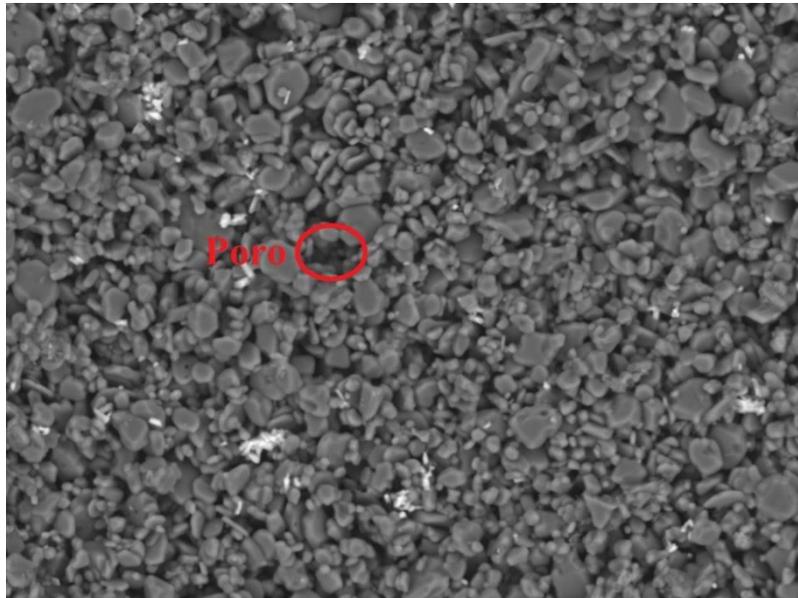
Tabela 5. Valores de densidade e densificação das amostras sinterizadas.

Amostras	Densidade (g/cm ³)	Densificação (%)
Moinho de Bolas (1300°C)	3,174±0,01	79,39±0,37
Moinho de Bolas (1400°C)	3,594±0,02	89,90±0,51
Moinho Planetário (1300°C)	3,596±0,01	89,96±0,29
Moinho Planetário (1400°C)	3,640±0,01	91,06±0,49

A partir destes resultados, nota-se que o método de moagem pelo moinho de alta energia (planetário) influenciou nos resultados médios de densidade e densificação do composto cerâmico. Tanto a densidade quanto a densificação sofreram aumentos quando comparados os dois métodos de moagem do material. A temperatura de sinterização também influenciou nestes resultados, já que a sinterização é um processo difusional, sendo assim, quanto maior a temperatura, maior a movimentação atômica, fazendo com que as partículas se unam e fiquem mais densas. Trabalhos anteriores [15] mostraram que o período de 1 hora na temperatura de sinterização, permitiu que o LiF se fundisse completamente, já que este possui um ponto de fusão de 850°C.

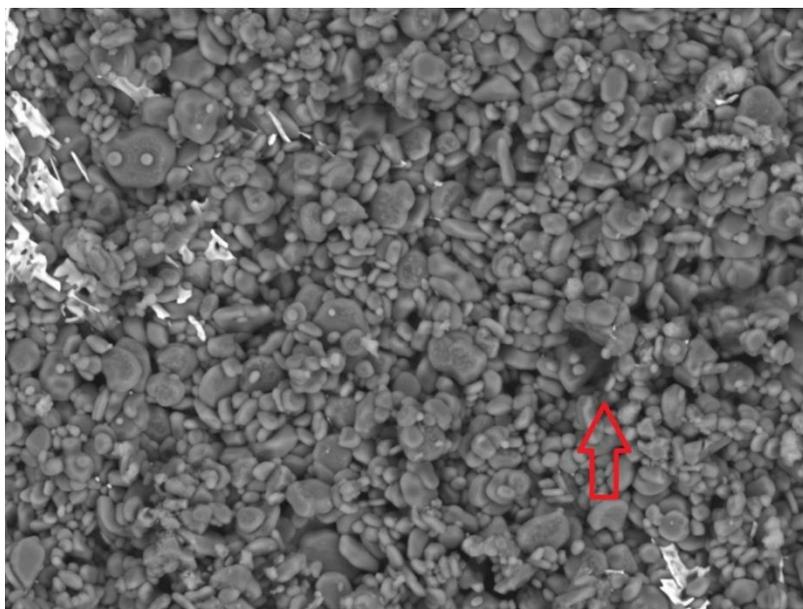
3.2 Microscopia Eletrônica de Varredura

A seguir, nas **figuras (1-2-3-4)** serão exibidas as micrografias das amostras sinterizadas a 1300°C e 1400°, sendo processadas a partir do moinho de bolas e do moinho planetário.



2018/12/04 19:34 A D3,8 x2,0k 30 um

Figura 1. Microscopia de amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, processada a partir de moinho de bolas e Sinterizada a 1300°C. Ampliação de 2000x.



2018/12/04 19:43 A D4,0 x2,0k 30 um

Figura 2. Microscopia de amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, processada a partir de moinho planetário e Sinterizada a 1300°C. Ampliação de 2000x.

Como apresentado na **Tabela 5**, o valor de densificação das amostras moídas pelo moinho planetário são maiores do que as amostras moídas pelo moinho de bolas. Na **Figura 1**, é possível notar que por conta de sua densificação mais baixa, houve uma presença maior de poros, isto quando comparado à **Figura 2**, que apresenta uma quantidade menor de poros.

As amostras sinterizadas na temperatura de 1400°C seguiram o mesmo padrão de resultados apresentados na temperatura de 1300°C, entretanto, houve uma maior densificação, resultando em uma menor porosidade, como mostrado abaixo nas **figuras 3 e 4**.

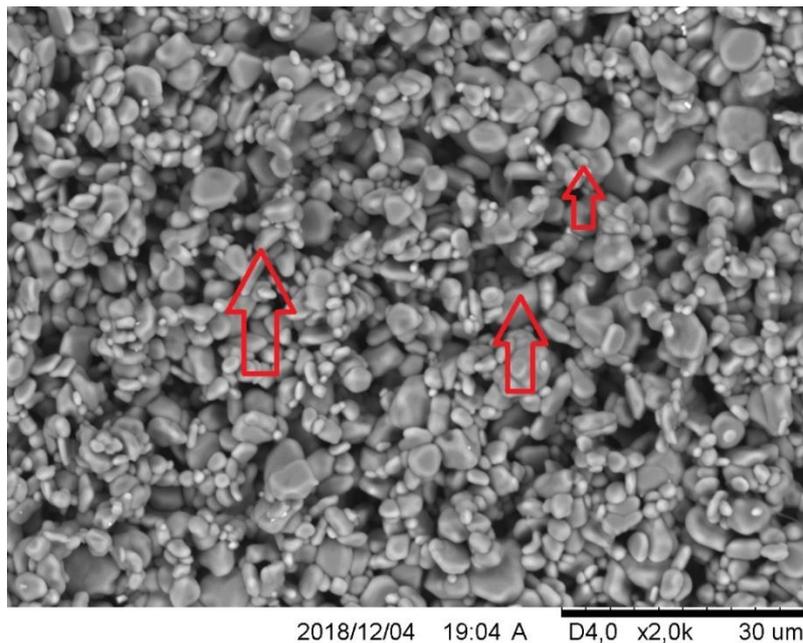


Figura 3. Microscopia de amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, processada a partir de moinho de bolas e Sinterizada a 1400°C. Ampliação de 2000x.

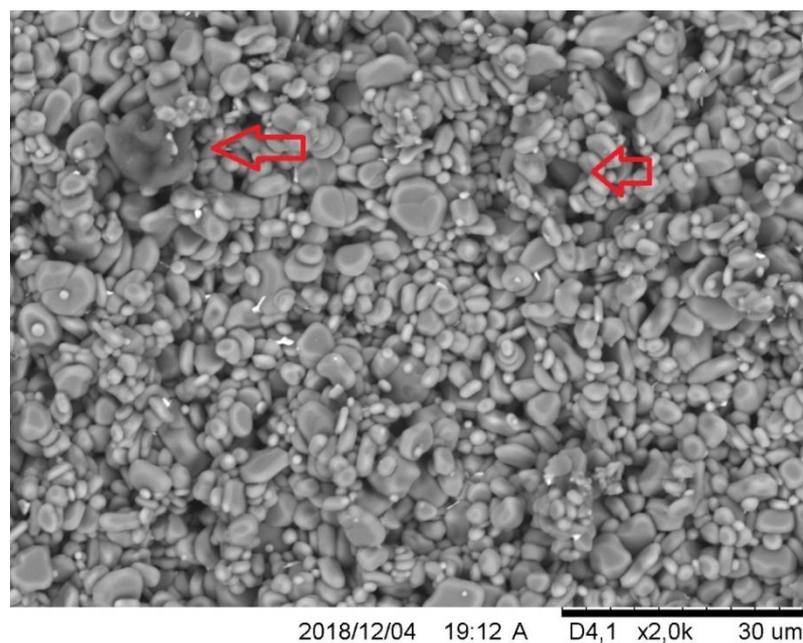


Figura 4. Microscopia de amostra de $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, processada a partir de moinho planetário e Sinterizada a 1400°C . Ampliação de 2000x.

Também é possível notar que as amostras que foram cominuídas através do moinho de alta energia, apresentam os grãos em um formato mais definido, próximo do formato esferoidal, já as amostras cominuídas pelo moinho de bolas possuem grãos com formato mais aleatório. Isto deve-se ao fato de que o moinho planetário possui uma maior energia, fazendo com que os grãos se deformem durante a moagem, reduzindo o seu tamanho, e deixando-os em formato circular. Esse formato circular com um tamanho de grão reduzido, permitiu que o LiF em fase líquida pudesse preencher os espaços menores formados na sinterização, e assim resultas em um material com menor porosidade e maior densificação.

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foi estudado os efeitos da mudança no parâmetro de moagem do sistema cerâmico $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$, alterando a moagem através de um moinho de bolas por uma moagem através de um moinho planetário de alta energia, com a finalidade de investigar a formação de poros durante a sinterização. Dessa forma, é possível concluir a partir deste trabalho que:

- a) A moagem por meio do moinho planetário é mais rápida do que a moagem por meio do moinho de bolas, reduzindo o tempo do processo de moagem e secagem, consequentemente reduzindo o tempo total do processamento cerâmico.
- b) O aumento da temperatura de sinterização de 1300°C para 1400°C mostrou que há um aumento na densificação do material.
- c) As amostras moídas pelo moinho planetário e sinterizadas à 1300°C apresentaram resultado igual ao das amostras moídas pelo moinho de bolas e sinterizadas à 1400°C , e superior as amostras sinterizadas à 1300°C , sendo assim houve uma melhoria na redução da energia utilizada na sinterização e uma melhoria na densificação das amostras.
- d) O moinho de alta energia provocou uma mudança na configuração do formato dos grãos, tornando-os mais esféricos, o que resultou na melhoria da densificação durante a sinterização.

Agradecimentos

Os autores agradecem ao IFRJ campus Paracambi pelas imagens realizadas no MEV, ao Instituto Militar de Engenharia e à CAPES pelo fomento e apoio da pesquisa realizada.

REFERÊNCIAS

- 1 SANTOS, Jheison Lopes dos et al. **COMPORTAMENTO BALÍSTICO DO COMPOSTO CERÂMICO $\text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Nb}_2\text{O}_5 - \text{LiF}$** . In: CONGRESSO ANUAL DA ABM, 72., 2017, São Paulo. Proceedings... . São Paulo: Abm, 2017. v. 1, p. 1583 - 1594.
- 2 James B. **Practical issues in ceramic armor design**. Ceramic Armor Material by Design. 2002; 134: 23-31.
- 3 Serjoui A, Chi R, Zhang Z, Sridhar I. **Experimental Validation of BLV Model on Bi-Layer Ceramic-Metal Armor**. International Journal of Impact Engineering. 2015; 77: 30-41.
- 4 Gomes A. V. **Comportamento balística da alumina com adição de nióbia e variação da geometria do alvo**. Tese de doutorado – IME. Rio de Janeiro. 2004.
- 5 Jesus P. R. R. **Efeito da adição do fluoreto de lítio na densificação da alumina aditivada com 4% em peso de nióbia**. Dissertação de mestrado – IME. Rio de Janeiro, 2016.
- 6 Santos J. L. **Comportamento balístico de componente cerâmico à base de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5\text{-LiF}$ em blindagem multicamada**. Tese de doutorado – IME. Rio de Janeiro, 2016.
- 7 Aragon-Duarte MC, Nevarez-Rascon A, Esparza-Ponce HE, et al. **Nanomechanical properties of zirconia- yttria and alumina zirconia-yttria biomedical ceramics, subjected to low temperature aging**. Ceramics International. 2017;43:3931-3939.
- 8 Zhu B, Zhu Y, Li X, Zhao F. **Effect of ceramic bonding phases on the thermomechanical properties of $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-C}$ refractories**. Ceramics International. 2013;39:60696076.
- 9 Zhang X-Y, Wu J-M, Yang J-L. **Pore morphology designs of porous Si_3N_4 -based ceramics using Si_3N_4 and Al_2O_3 poly-hollow microspheres as pore-forming agentes**. Materials Letters. 2015;144:39-42
- 10 Zang W, Guo F, Liu J, et al. **Lightweight alumina based fibrous ceramics with different high temperature binder**. Ceramics International. 2016;42:10310-10316.
- 11 Trindade W. **Influência da Geometria e da Microestrutura no Comportamento Dinâmico da Alumina Aditivada com Nióbia**. Tese de doutorado – IME. Rio de Janeiro, 2012.
- 12 Santos J. L., Marçal R. L. S. B., Jesus P. R. R., Gomes A. V., Lima Jr E. P., Monteiro S N., de Campos J. B., Louro L. H. L. **Effect of LiF as sintering agent on the densification and phase formation in $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-4wt}\%\text{Nb}_2\text{O}_5$ ceramic compound**. Metallurgical and Materials Transactions A. aceito para publicação em 2017.
- 13 NBR 16661:2017. **Material refratário denso conformado – determinação de volume aparente, volume aparente da parte sólida, densidade da massa aparente, densidade aparente da parte sólida, porosidade aparente e absorção**. ABNT. 2ª edição; 2017.
- 14 Sutorik AC, Gilde G, Cooper C, Wright J, Hilton C. **The effect of varied amounts of LiF sintering aid on the transparency of alumina rich spinel ceramic with the composition $\text{MgO-1.5 Al}_2\text{O}_3$** . J. Am. Ceram. Soc. 2012; 95:1807-1810.
- 15 SANTOS, Jheison Lopes dos et al. **VARIAÇÃO DAS CONDIÇÕES DE SINTERIZAÇÃO E SEUS EFEITOS NO SISTEMA $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-Nb}_2\text{O}_5\text{-LiF}$** . In: ABM WEEK 2017, 72., 2017, São Paulo. Proceedings... . São Paulo: Abm, 2017. v. 72, p. 3857 - 3865.