ENG MAT CON
CONGRESSO ONLINE DE ENGENHARIA DE MATERIAIS
27 A 30 de abril 2021
ISBN: 978-65-89908-00-5

EFEITO DO PROCESSO DE HIDROGENAÇÃO NA REDUÇÃO DO TAMANHO DE PARTÍCULAS DE NIÓBIO UTILIZADAS EM CAPACITORES ELETROLÍTICOS

NASCIMENTO, Edson Silva do [1]; ARAÚJO, Kívia Fabiana Galvão de [1]; GOMES, Uilame Umbelino [1]; MASHHADIKARIMI, Meysam [1]

[1] *Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Natal, RN e Brasil.*

Kivia.araujo.017@ufrn.edu.br

RESUMO

O capacitor de tântalo apresenta uma alta capacitância específica, permitindo armazenar grande quantidade de energia em pequeno volume quando comparado com os outros tipos de capacitores. Diante da diferença de disponibilidade entre o Nióbio (Nb) e o Tântalo, como também pela semelhança nas propriedades desses elementos, procura-se cada vez mais viabilizar a substituição do pó do tântalo pelo pó de nióbio em capacitores eletrolíticos. A obtenção do pó de Nb com tamanho de partícula reduzido e com alta pureza pode ocorrer, por exemplo, através do processo de Hidrogenação-Desidrogenação (HDH). Neste trabalho o pó de Nb foi hidrogenado a 800 e 850°C para fragilizar as partículas e em seguida o mesmo pó foi submetido à moagem. As caracterizações do pó foram realizadas por meio de análises de MEV e particulometria, certificando-se assim, que a hidrogenação seguida de moagem proporcionou uma redução no tamanho médio das partículas de aproximadamente 86%, concluindo, com isso, ser um método viável para o aumento da área superficial do pó de Nb, melhorando as propriedades elétricas dos capacitores eletrolíticos produzidos via metalurgia do pó.

Palavras-chave: Hidrogenação; Nióbio; Metalurgia do pó; Redução do tamanho médio das partículas.

INTRODUÇÃO

Capacitores são elementos elétricos capazes de armazenar cargas elétricas e, consequentemente, energia potencial elétrica [1]. Entre os diferentes tipos de capacitores no mercado, o capacitor de tântalo apresenta alta capacitância específica, isto é, armazenamento de grandes quantidades de energia em volume pequeno quando comparado com os outros tipos de capacitores [2].

Atualmente, a produção de capacitores em dispositivos eletrônicos é uma das principais aplicações do pó de tântalo (Ta). Isso devido à alta capacitância do tântalo que é atribuída à baixa concentração de oxigênio na estrutura metálica e à grande área superficial do pó [3]. No entanto, o pó de tântalo tende a um custo mais elevado devido à raridade de seus minérios, como também à especificidade de seu acúmulo. Há, portanto, a necessidade de encontrar um substituto para esse elemento, diante de uma provável e breve dificuldade de atender às exigências do mercado para dispositivos eletrônicos mais baratos.

O Nióbio (Nb) e o Tântalo (Ta) são encontrados nos mesmos minérios, sendo os principais a Columbita-tantalita (76% de Nb_2O_5) e o pirocloro (71% de Nb_2O_5) [4]. Além disso, o Nb em pó é uma alternativa interessante para substituir o pó de Ta por possuírem propriedades bem semelhantes [3].

Por meio do controle da morfologia, da redução e distribuição do tamanho das partículas é possível alterar as propriedades elétricas. Por exemplo, ao reduzir o tamanho médio de suas partículas do Nb, consegue-se atingir melhores valores de capacitância [5, 3]. Diante disso, algumas técnicas são estudadas para a obtenção de partículas cada vez menores [6-8].

O pó de Nb, por exemplo, pode ser obtido através do processo Hidrogenação-Desidrogenação (HDH) [7, 9-11], uma técnica de simples execução e baixo custo, tem a finalidade de fragilizar o pó de Nb por meio da inserção de átomos de hidrogênio (H) nas posições intersticiais, devido à influência da alta pressão e temperatura, promovendo a transformação de fase da fase estável (α) para uma fase mais frágil (β) e a formação da solução sólida do NbH [7]. O resfriamento também influencia no resultado da hidrogenação, pois dependendo da forma de resfriamento pode ser que ocorra apenas a hidrogenação parcial do pó (geralmente próximo a 450ºC), ou completa (próxima de 700 a 850ºC) [7]. Bem como, o esfriamento a baixa temperatura leva a partículas mais finas do que à temperatura ambiente [13].

Essa fragilização beneficia a etapa seguinte, o processo de moagem. Portanto, neste trabalho utilizou-se a técnica de hidrogenação para fragilizar as partículas do pó de Nb e a moagem para fraturar a maior quantidade de partículas, a fim de obter uma considerável redução no tamanho médio de partículas e consequentemente uma maior área superficial, pois é uma das propriedades fundamentais dos capacitores eletrolíticos.

METODOLOGIA

O processo de hidrogenação foi realizado em um forno tubular de marca FORTELAB e modelo FT 1300 CLP, neste o pó foi submetido à temperaturas de 800°C e 850°C em uma isoterma de 30 minutos com atmosfera inicial de argônio com 99,9999% de pureza com fluxo de 300 mL/min até a temperatura de 300°C ser alcançada. A partir desta temperatura os pós foram submetidos à atmosfera de hidrogênio de alta pureza (99,9999%) com fluxo de 316 mL/min até o final do processo a uma taxa de aquecimento correspondente à 10°C/min.

O material inicial consiste no pó de Nb com partículas de diâmetro médio na ordem de 420 **µ**m, o mesmo foi pesado antes e após o processo de hidrogenação, a fim de ser analisado o aumento da massa do pó após ser hidrogenado.

Em seguida, o pó de Nb foi submetido à moagem em um moinho de alta energia FRITSCH modelo PULVERISETTE 7 para se realizar a redução do tamanho médio das partículas. O cadinho utilizado foi de carbeto de tungstênio com esferas de aço. Na moagem as partículas foram submetidas a uma rotação de 200 rpm durante 15 minutos com uma razão de massa pó/esfera de 1/100.

RESULTADOS E DISCUSSÕES

Como o teor de hidrogênio é indicado pela variação de massa foi necessário indicar esse aumento em porcentagem, como mostra a Tabela 1.

Tabela 1. Valores das pesagens das amostras antes (1ª pesagem) e após (2ª pesagem) o processo de hidrogenação (Autor)

Amostras	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**	**9**
1ª Pesagem (g)	2,004	2,009	2,012	2,003	1,639	2,001	2,063	2,003	2,005

2ª Pesagem (g)	2,042	2,048	2,086	2,078	1,661	2,062	2,082	2,078	2,058
Teor de H (%)	1,9*	1,9*	3,7	3,7	1,3	3,0	0,9	3,7	2,6

*Hidrogenação realizada a 850°C

Em seu trabalho, Gabriel [7], atingiu valores de grau de hidrogenação no valor máximo de 0,9% nas temperaturas de 500°C e 700°C e foi considerado um valor extensivo de hidrogenação. Comparando os valores de teor de H obtidos entre a primeira e a segunda pesagem, percebe-se uma elevada hidrogenação, isso porque as temperaturas utilizadas neste trabalho foram maiores que as temperaturas utilizadas em [7], e sabe-se que a temperatura influencia diretamente na difusão.

A Figura 1 apresenta os resultados de particulometria do pó de Nb (a) antes do processo de hidrogenação e do (b) pó hidrogenado e moído. Observa-se a diminuição do tamanho médio de partículas através do deslocamento da curva para a esquerda.

(a) (b)

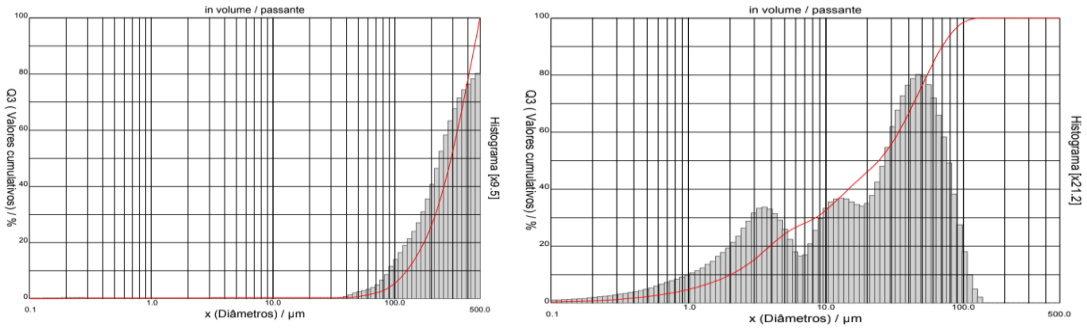

Figura 1. Particulometria do pó de Nb (a) antes do processo de hidrogenação e (b) após o processo de hidrogenação e moagem (Autor).

O pó de Nb inicial apresentou um tamanho médio de partículas de 288,81 µm e o mesmo pó hidrogenado e moído apresentou uma média de 30,40 µm, indicando que a hidrogenação fragilizou as partículas a ponto de a moagem conseguir diminuir com eficiência seu tamanho médio. Pois os átomos de H ao se posicionarem intersticialmente entre os átomos de Nb, exibe uma ligação mais forte (Nb-H-Nb) que a ligação Nb-Nb, promovendo assim, um endurecimento elástico-plástico [9].

A Figura 2 apresenta a microscopia via MEV do pó de Nb (a) antes e (b) depois do processo de hidrogenação em uma ampliação de 200x. A fragilização do Nb pode ser confirmada com a aparição de microtrincas na superfície das partículas hidrogenadas.

(a) (b)

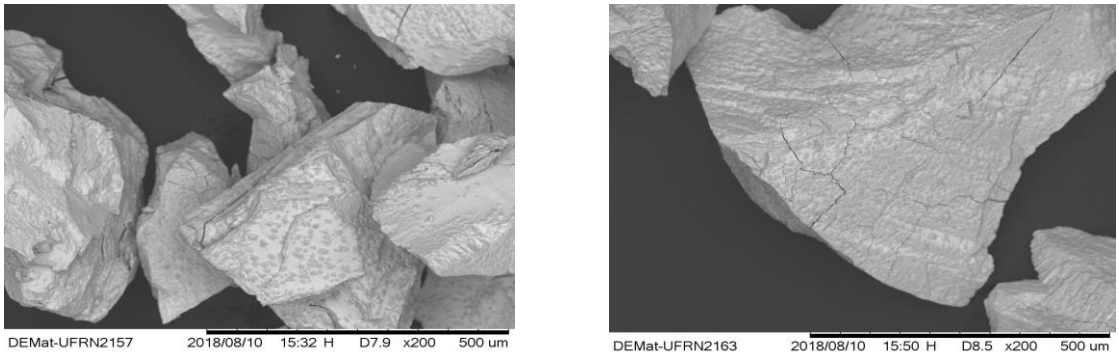

Figura 2. MEV do pó de Nb (a) antes do processo de hidrogenação e (b) após o processo de hidrogenação com uma ampliação de 200x (Autor).

A Figura 3 apresenta o MEV do pó de Nb com ampliação de 500x (a) antes e (b) após a hidrogenação. Percebe-se um elevado número de microtrincas nas partículas hidrogenadas.

(a) (b)

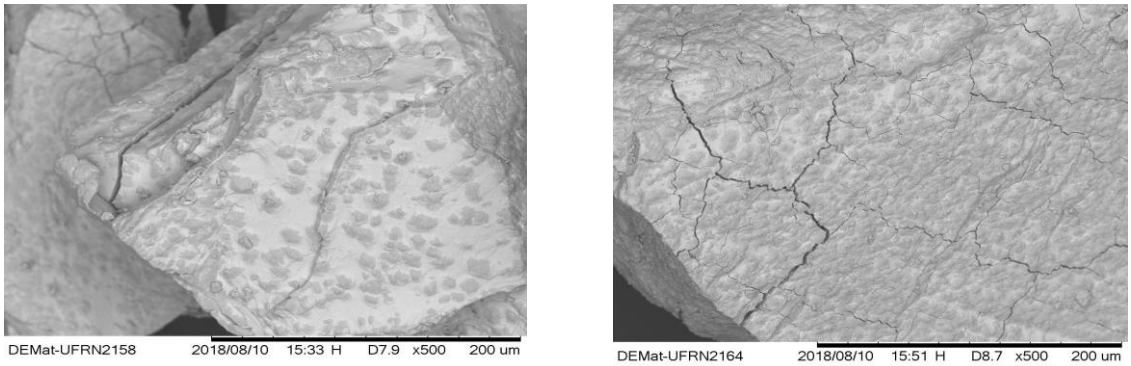

Figura 3. MEV do pó de Nb (a) antes do processo de hidrogenação e (b) após o processo de hidrogenação com uma ampliação de 500x (Autor).

Na Figura 4 verifica-se a diminuição do tamanho das partículas de Nb após a moagem e sua morfologia irregular é decorrente da forma de moagem utilizada.

(a) (b)

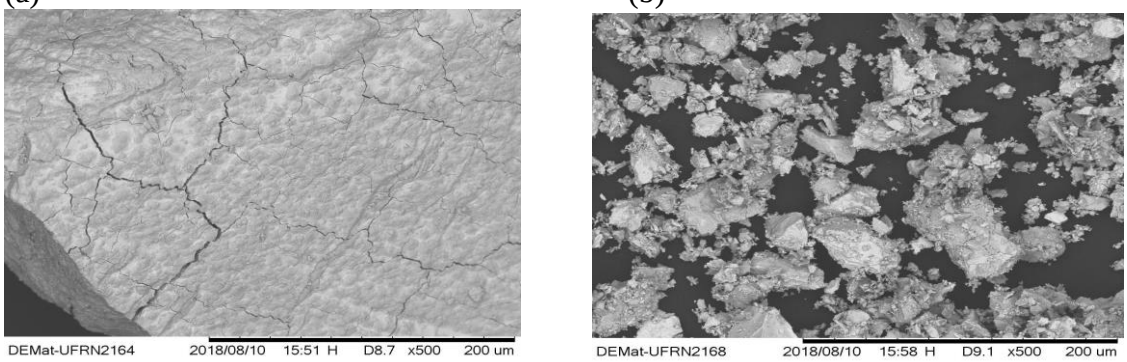

Figura 4. MEV do pó de Nb hidrogenado (a) antes da moagem e (b) após a moagem com uma ampliação de 500xv (Autor).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

Neste trabalho foi possível estudar a redução do tamanho médio de partículas por meio da hidrogenação seguida de moagem, verificando que a inserção dos átomos de hidrogênio ao pó metálico de nióbio fragiliza-o, beneficiando a moagem. Através do MEV, nota-se um aspecto frágil com elevado número de microtrincas, resultando em uma maior parcela de partículas fraturadas, ou seja, uma maior eficiência da moagem. Isto também é confirmado por meio da particulometria, a qual indicou uma redução de aproximadamente 86% no tamanho médio das partículas. Diante disso, comprova-se a possibilidade da obtenção do pó de nióbio constituído por partículas relativamente pequenas, aumentando sua área superficial, que está diretamente relacionada às propriedades elétricas dos capacitores eletrolíticos produzidos via metalurgia do pó.

AGRADECIMENTOS

À CNPq; CAPES e UFRN.

REFERÊNCIAS

[1] Silva A N. Capacitores. CENTEC - Curso técnico em Eletroeleletrônica, 2009.

[2] BRAGA N. Como funcionam os capacitores de tântalo (ART604). 2013. [acesso em maio de 2018]. Disponível em: www.newtonbraga.com.br/index.php/como-funciona/.

[3] Baba M, Kikuchi T, Suzuki R O. Niobium powder synthesized by calciothermic reduction of niobium hydroxide for use in capacitors. Journal of Physics and Chemistry of Solids. 2015; 78:101–109.

[4] P. Junior, Rui Fernandes. Sumário Mineral 2015. 2015. Disponível em: <http://www.dnpm.gov.br/dnpm/sumarios/sumario-mineral-2015>. Acesso em: 15/09/2018.

[5] Suzuki N et al. Branched morphology of Nb powder particles fabricated by calciothermic reduction in CaCl2melt. Journal of Physics and Chemistry of Solids. 2017; 110(5):58–63.

[6] Fernandes, R. P. J. Nióbio. p. 129 a 147. [acesso em 15 set. 2018]. Disponível em: https://sistemas.dnpm.gov.br/publicacao/mostra_imagem.asp?IDBancoArquivoArquivo=3976

[7] Gabriel S. B. et al. Niobium hydrogenation process: Effect of temperature and cooling rate from the hydrogenation temperature. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials. 2011; 29(1):134–137.

[8] Stuart H. Niobium. Proceedings of the International Symposium, São Francisco, USA, November 8–11 1981. ISBN 0-89520-468-1.

[9] Alefeld G, Volkl J. Hydrogen in metals I—basic properties. Berlin, New York: Springer-Verlag; 1978.

[10] Fukai Y. The metal–hydrogen system: basic bulk properties. 2nd ed. Berlin: Springer-Verlag; 2005.

[11] Rickert A, Nietsch T, Schutt E. Equilibrium considerations on the niobium–hydrogen system. Chem Ing Tech 1994;6:835–9.

[12] Ito M et al. Characteristics of niobium hydrogen solid solution. Journal Of Alloys And Compounds. Elsevier BV. 2006 [acesso em 16 out. 2018];425(1-2):164-168. Disponível em: http://dx.doi.org/10.1016/j.jallcom.2006.01.043.

[13] Semboshi S. et al. Fracture Behavior of Niobium by Hydrogenation and its Application for Fine Powder Fabrication. Metallurgical And Materials Transactions. 2006; A(37):1301-1309.