



República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0801018-8 B1



(22) Data do Depósito: 24/03/2008

(45) Data de Concessão: 26/02/2019

(54) Título: PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO - NIÓBIO

(51) Int.Cl.: C04B 35/56; C01B 32/949.

(73) Titular(es): UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO NORTE - UFRN.

(72) Inventor(es): CARLSON PEREIRA DE SOUZA; DR. UILAME UMBELINO GOMES.

(57) Resumo: OBTENÇÃO DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO - NIÓBIO. Através da síntese do carbetto de tungstênio reforçado com nióbio (WC-Nb) a baixa temperatura via reação gás-sólido em reator de leito fixo. A introdução de nióbio (Nb) na rede cristalina cúbica do carbetto de tungstênio permite melhorar as propriedades mecânicas melhores característica e desempenho a este compósito. Inicialmente o Paratungstato de Amônio (APT) foi misturado com nióbio metálico com reforço de 10%. O material foi submetido à reação gás-sólido em reator de alumina suportado por forno tubular bipartido com reguladores eletrônicos de temperatura e termopares. O compósito obtido foi caracterizado por DRX sendo demonstrando a produção da fase cúbica WC-Nb.

Relatório descritivo da Patente de Invenção para **“PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO - NIÓBIO”**

[001] Este pedido de patente trata do “Processo de Obtenção de Carbeto de Tungstênio – Nióbio” através da síntese do carbeto de tungstênio reforçado com nióbio (WC-Nb) à baixa temperatura via reação gás-sólido em reator de leito fixo.

[002] A introdução de nióbio (Nb) na rede cristalina cúbica do carbeto de tungstênio permite melhorar as propriedades mecânicas e desempenho deste compósito. Inicialmente, o Paratungstato de Amônio (APT) foi misturado com nióbio metálico com reforço de 10%. O material foi submetido à reação gás-sólido em reator de alumina suportado por forno tubular bipartido com reguladores eletrônicos de temperatura e termopares. Durante o experimento o forno foi programado para operar a 880°C, taxa de aquecimento de 10°C/min com vazão total de 20L/h da mistura gasosa CH₄/H₂ com 3% de metano. O carbeto de tungstênio foi obtido após 120 minutos de reação. Em um segundo nível o forno foi aquecido a 1000°C à taxa de 10°C/min com uma vazão total de 19,4L/h, permanecendo nesta isoterma durante 120 minutos. No segundo estágio foi usado somente atmosfera de hidrogênio (H₂) para garantir a redução total do óxido de nióbio (NbO₂) formado durante o primeiro estágio da reação de carbonetação. O compósito obtido foi caracterizado por difração de raios X (DRX) sendo demonstrada a produção da fase cúbica WC-Nb.

[003] A tese de doutorado intitulada “Síntese de carbetos de tungstênio e nióbio a baixa temperatura, através de reação gás-sólido em reator de leito fixo” (F.F.P., Medeiros) refere-se à síntese de dois tipos de carbetos: carbeto de tungstênio e carbeto de nióbio a partir de seus respectivos precursores paratungstato de amônio (APT) e tris(oxalato) niobato de amônio monohidratado, respectivamente, através de reação gás-sólido usando CH₄/H₂ como fonte de carbono e de agente redutor, respectivamente. A referida tese também menciona a síntese de WC-Co dopado com NbC, que se trata de outro

tipo de compósito em que é usada a dopagem com NbC diretamente na mistura.

[004] Dessa maneira, na presente invenção, o produto final é completamente diferente embora seja usado o mesmo precursor (APT), pois trata-se da síntese do compósito carbeto de tungstênio (WC) dopado com nióbio metálico (Nb) na concentração de 10%.

[005] O processo consiste em misturar de forma homogênea uma determinada quantidade de APT com Nb metálico (10% em massa) e, em seguida, essa mistura é submetida a uma reação gás-sólido usando metano como fonte de carbono e hidrogênio como agente redutor. A reação ocorre em reator tubular de alumina sob aquecimento em forno resistivo bipartido cuja vazão de gás é controlada através de rotâmetros e fluxímetros digitais. Durante a reação, o experimento é programado para aquecer até 880°C numa taxa de 10°C/min sob vazão total de 20L/h da mistura gasosa CH₄/H₂ contendo 3% de metano. Após a formação do compósito WC-Nb, submeteu-se esse produto a aquecimento até 1000°C, sob taxa de 10°C/min e sob atmosfera redutora de H₂ puro a uma vazão de 19,4L/h de H₂ durante 120 minutos com o objetivo de obter a redução total do óxido de nióbio (NbO₂) formado no primeiro estágio da reação de carbonetação. Após o resfriamento do forno, o compósito foi caracterizado por difração de raios X (DRX) comprovando a obtenção do produto WC-Nb de fase cúbica.

[006] Quanto à Patente US7118724, trata-se de outro processo de síntese do tipo sólido-líquido em que ocorre a sublimação da fase líquida e, em seguida, carbonetação do W. O mencionado documento também apresenta um processo em que ocorre reação do tipo gás-sólido, mas obtendo carbeto duplo, ou seja, WC/NbC em temperaturas entre 500°C e 1500°C.

[007] Os documentos acima referenciados não tratam da inserção ou dopagem do nióbio metálico (Nb) na rede cristalina cúbica do carbeto de tungstênio, e sim da formação de WC, NbC separadamente e na forma de carbeto duplo usando reações gás-sólido e sólido-líquido, além da inserção de

carbeto de nióbio em um compósito do tipo WC-Co. Portanto, os produtos e processos acima são diferentes do compósito WC-Nb (10%).

[008] É também importante ressaltar a importância de se usar o nióbio metálico na dopagem. A introdução de nióbio metálico na rede cristalina cúbica do carbeto de tungstênio (WC) permite o controle do carbono livre não reagido disponível na rede cristalina prejudicando, assim, as propriedades mecânicas, e a presença do nióbio promove a captura desse carbono livre formando uma pequena fase de NbC disperso nos contornos dos grãos. A disponibilidade de carbono livre é decorrente do metano oriundo seja da estequiometria da reação (carbono não reagido), seja do craqueamento do CH₄ durante o aquecimento. O melhoramento das propriedades do produto final é significativo principalmente no que concerne à tenacidade, dureza e propriedades mecânicas do carbeto de tungstênio.

REIVINDICAÇÃO

1. “PROCESSO DE OBTENÇÃO DE CARBETO DE TUNGSTÊNIO – NIÓBIO”, caracterizado pelo processo ocorrer pela síntese do carbetto de tungstênio reforçado com nióbio (WC-Nb) à temperatura de 880°C via reação gás-sólido em reator de leito fixo, consistindo das seguintes etapas: a introdução de nióbio (Nb) na rede cristalina cúbica do carbetto de tungstênio; posteriormente, o Paratungstato de Amônio (APT) é misturado com nióbio metálico com reforço de 10% em massa, em seguida, o material obtido é submetido à reação gás-sólido à temperatura de 880°C, durante 120 minutos, com taxa de aquecimento de 10°C/min, com vazão de 20L/h e 3% de Metano na mistura CH₄/H₂ em reator de alumina suportado por forno tubular bipartido com reguladores eletrônicos de temperatura e termopares; após o término da reação, o produto obtido (WC-Nb) é aquecido a 1000°C, a uma taxa de 10°C/min, com vazão total de 19,4L/h, permanecendo por 120min, sob atmosfera de H₂, o que garante a redução total do óxido de Nióbio (NbO₂), formado durante o primeiro estágio da etapa de carbonetação; dessa forma, o produto compósito obtido foi caracterizado por DRX sendo demonstrada a produção da fase cúbica WC-Nb.