

## MICROESTRUTURA DO NITRETO DE SILÍCIO OBTIDO POR SINTERIZAÇÃO ASSISTIDA POR PRESSÃO DE GÁS

Jamil Duailibi Fh.(\*) e José Carlos Bressiani (#)

(\*) Instituto Nacional de Tecnologia - INT.

(#) Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - IPEN.

A sinterização assistida por pressão de gás-GPS, vem se mostrando como uma rota extremamente atraente para a obtenção de cerâmicas de nitreto de silício com características semelhantes às obtidas por prensagem à quente-HP e por prensagem isostática à quente-HIP(1,2). Na GPS são utilizadas pressões de nitrogênio entre 1 a 10 MPa, bem inferiores às utilizadas na HIP(70 a 300 MPa), a qual dispensa, ainda, o uso de encapsulamento que, sabidamente, aumenta os custos de produção. Por meio da referida rota de processamento já é possível obter produtos densos, conformados por moldagem por injeção e por prensagem isostática de forma econômica, como rotores para turbina a gás, pistões e componentes para a indústria metalúrgica.

Além de propiciar a redução significativa dos aditivos de sinterização formadores de fase líquida, quando comparada com as quantidades utilizadas no processo de sinterização normal sem aplicação de pressão, a GPS é considerada como um dos meios de se interferir na morfologia e na distribuição de tamanho dos grãos da fase  $\beta$ -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>, levando à obtenção de reforço *in situ*(3).

As microestruturas apresentadas são referentes a amostras sinterizadas sob diferentes condições, a saber:

- Amostra I - Obtida via sinterização normal em forno de grafite a 1700°C, 90 minutos sob 0,2 MPa ( $\approx$  2atm) de pressão de N<sub>2</sub>, composta de nitreto de silício de alta pureza já contendo 5% em peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 5% de Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Ube Kousan Co., Grade SN-COA, 10,8m<sup>2</sup>/g e teor -Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> > 95 %wt) ( Figura 1);
- Amostra II - Nitreto de silício STARK com 2% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> e 5% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. A sinterização foi realizada em forno fabricado pela FCT-Fine Ceramics Technologies-Alemanha, em dois estágios, a saber: no primeiro, a pressão foi elevada a 2 MPa a 1200°C, sendo o forno aquecido a uma taxa de 25°C/min. até 1850°C. Após 30 minutos, deu-se início ao segundo estágio, quando a pressão foi elevada para 10 MPa, permanecendo a 1850°C durante 30 minutos ( Figura 2);
- Amostra III - Composição igual a da Amostra "I", sinterizada em forno ASTRO-LAB MASTER pressurizável até cerca de 2 MPa,

de acordo com as seguintes condições: aquecimento a taxa de 10°C/min. até 1800°C, sob fluxo de N<sub>2</sub>; pressurização a 0,1 MPa de N<sub>2</sub>; aumento da temperatura até 1950°C, a uma taxa de 10°C/min.; 1 hora de patamar a 1950°C ( Figura 3); e

- Amostra IV - Composição similar à da Amostra "I", contendo, adicionalmente 1,0% em peso de ferro silício, sinterizada sob as mesmas condições da Amostra "III" ( Figura 4);

A observação das microestruturas foi realizada em microscópio eletrônico de varredura, após polimento em pasta de diamante de 15 a 2,5µm e sobre ataque com hidróxido de sódio fundido a 350°C durante cerca de 4 minutos<sup>(4)</sup>. Este tipo de ataque elimina a fase vítrea presente no contorno de grão, permitindo a observação da morfologia e distribuição de tamanho dos grãos da fase β-Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>.

A Figura 1 mostra uma microestrutura típica do nitreto de silício obtido via sinterização normal, com uma larga faixa de tamanho de grão, observando-se, inclusive, crescimento anormal dos grãos β. Conforme pode ser visto na Figura 2, a microestrutura da Amostra II, sinterizada a 10 MPa, mostra grãos bem mais alongados, apresentando, a princípio, uma distribuição bimodal. A microestrutura da Amostra III, sinterizada a 1,7 MPa, apresenta-se semelhante à da Amostra II, porém bem menos uniforme em termos de distribuição de tamanho dos grãos, verificando, inclusive, certo grau de crescimento anormal ( vide Figura 3). De acordo com o constatado anteriormente em amostras obtidas via sinterização normal<sup>(5)</sup>, a adição de ferro silício proporciona uma melhoria significativa na distribuição de tamanho e na razão de aspecto (comprimento/espessura) dos grãos β, amplificando, no presente caso, o efeito de reforço *in situ* proporcionado pela sinterização assistida por pressão de gás-GPS, conforme mostrado na Figura 4.

#### AGRADECIMENTOS

À PUC-Rio, pelo uso do MEV, à FAENQUIL-Lorena, pela utilização do forno pressurizável até 2 MPa e à FCT-Almanha, pelo uso do forno pressurizável até 10 MPa.

#### REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1) M. MITOMO, N. YANG, KISHI and Y. BANDO. *J. Mater. Sci.*, **23**, 3413-19 (1988).
- 2) H.U. KESSEL and W. ENGEL. *Solid State Phenomena*, **8/9**, 175-84 (1989).
- 3) M. MITOMO. *J. Am. Ceram. Soc.*, **75** [1], 103-8 (1992).
- 4) U. TÄFFNER, M.J. HOFFMANN and M. KRÄMER. *Pract. Met.*, **27**, 385-90 (1990).
- 5) J. DUAILIBI Ph. and J.C. BRESSIANI. *Key Engineering Materials*, v. 89-91, pp.253-57. Trans. Tech Publications, Switzerland, 1994.

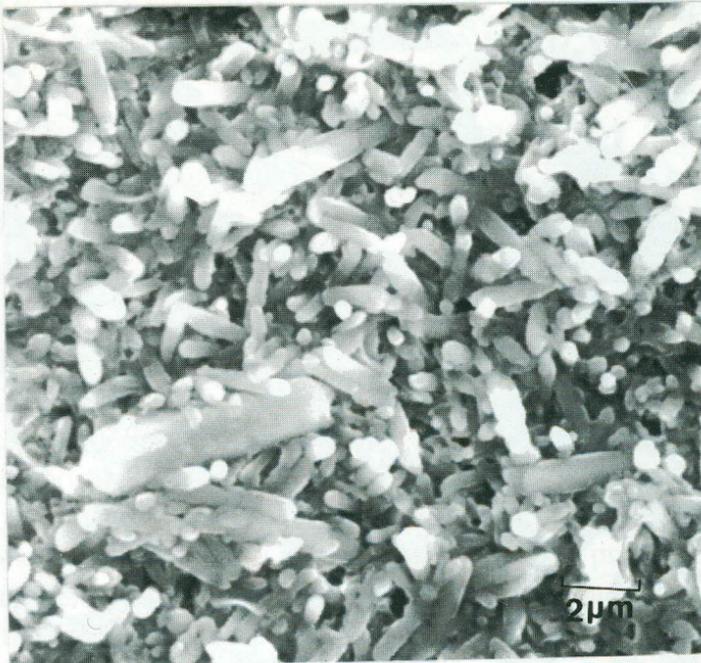


Figura 1 - Microestrutura do nitrato de silício sinterizado a 1700°C, 90 minutos, sob uma pressão de 0,2 MPa de N<sub>2</sub>

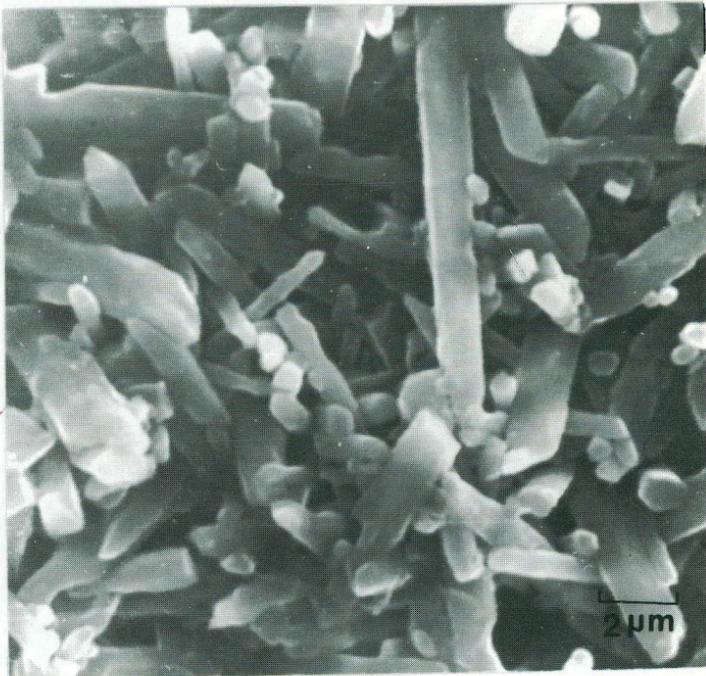


Figura 2 - Microestrutura do nitrato de silício sinterizado sob 10 MPa de pressão de N<sub>2</sub> a 1850°C, 30 minutos

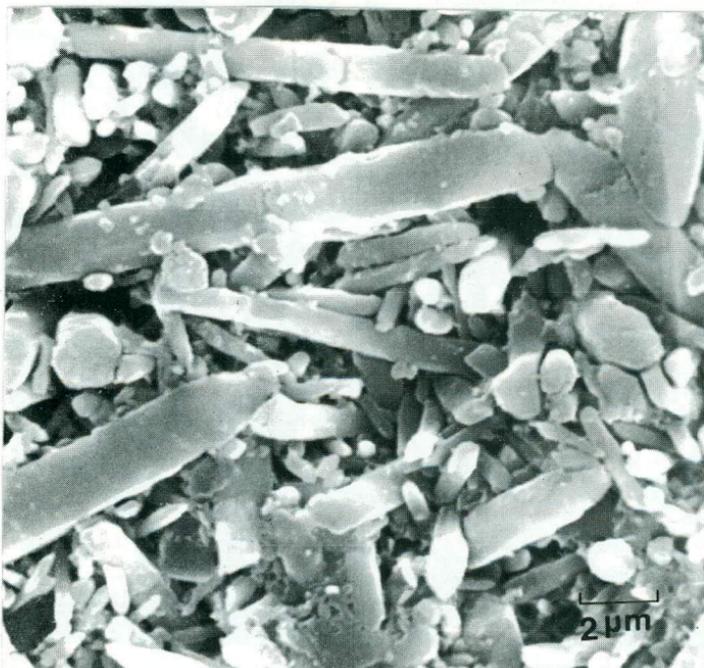


Figura 3 - Microestrutura do nitreto de silício sinterizado sob 1,7 MPa de pressão de  $N_2$  a 1700°C, 90 minutos

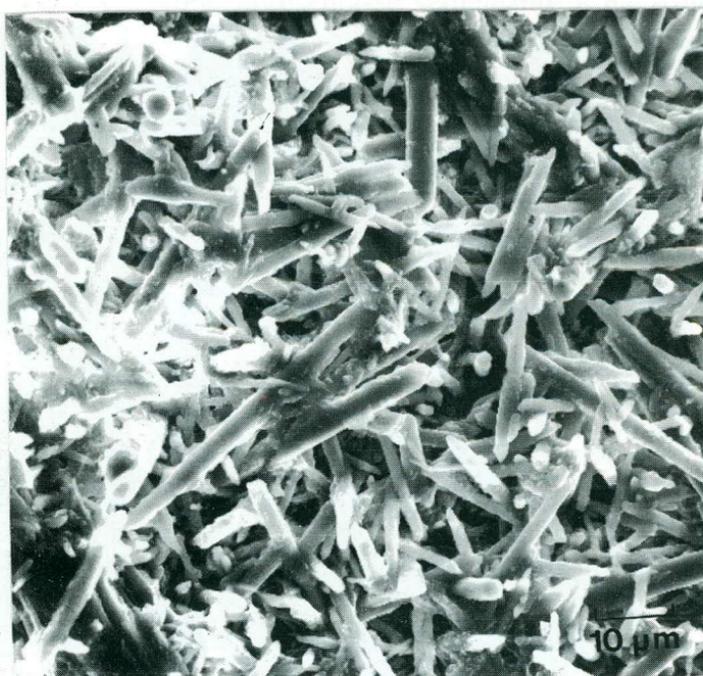


Figura 4 - Microestrutura do nitreto de silício contendo 1,0% de ferro silício, sinterizado sob 1,7 MPa de  $N_2$  1950°C, 90 minutos