

AVALIAÇÃO DAS PROPRIEDADES FÍSICAS E MECÂNICAS DE CARBETO DE SILÍCIO EM FUNÇÃO DO PROCESSAMENTO

A. C. S Oliveira, M. Bastos e L. A. Santos

Departamento Materiais – Escola de Engenharia

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Av. Bento Gonçalves, 9500, Setor IV, prédio 74, sala 125. Porto Alegre – RS Brasil

E-mail (autor responsável): andriel_cso@hotmail.com

RESUMO

Cerâmicas a base de carbetos de silício são materiais utilizados na indústria aeroespacial, de energia, eletrônica e para aplicações nucleares. O carbetos de silício (SiC) possui excelentes propriedades para aplicações que exigem resistência estrutural a altas temperaturas. Contudo, essas propriedades são altamente influenciadas por sua microestrutura, consequência do processamento da matéria-prima, processos de conformação e sinterização. Nesse trabalho, serão analisadas três composições contendo carbetos de silício, carbono e silício metálico, que foram homogeneizadas em moinho de bolas com álcool, secas em estufa e peneiradas. O material foi prensado em barrinhas e a sinterização ocorreu em diferentes tempos de patamar entre 1 e 4 horas. As amostras foram caracterizadas por microscopia ótica, foram realizados ensaios de resistência mecânica a flexão a quatro pontos, determinação de porosidade aparente, densidade e absorção de água. A composição que apresentou maior resistência mecânica foi a que continha menor teor de carbono.

Palavras chave: carbetos de silício, sinterização, propriedades

INTRODUÇÃO

As cerâmicas avançadas, entre elas o carbetos de silício (SiC), estão presentes em muitas áreas de atuação, principalmente por apresentar resistência a temperaturas elevadas e alta resistência à corrosão, para o caso dos biomateriais, apenas a sua

segunda característica é foco de interesse[1]. Sendo o carbeto de silício um material de uso promissor, este se torna objeto de pesquisa, a começar pelo seu processo de fabricação. Alguns processos de fabricação se destacam, além do processo de fabricação tradicional de nitretação,, outros métodos tem sido estudados como o RBSC (Reaction Bonded Silicon Carbide) , o RFSC (Reaction Formed Silicon Carbide) e recentemente o BioSC[2,3], que utiliza madeira natural no processo.

A utilização do SiC na indústria aeroespacial, como trocadores de calor, material refratário, enfim, uma ampla gama de aplicações, com propriedades e características particulares a cada utilização. Cada processo de fabricação apresenta suas particularidades, com vantagens e desvantagens. O RBSC, por exemplo, apresenta custos de fabricação relativamente baixos, quando comparado com outros materiais cerâmicos, devido ao seu baixo custo de produção e de matéria-prima[4]. Já através do RFSC, é possível se obter um produto final com menor quantidade de silício residual, se comparado ao RBSC, conseqüentemente de maior pureza[4]. Recentemente, tem se estudado o BioSC, que apresenta vantagens em relação aos processos convencionais, tais como, anisotropia e estrutura de poros abertos que confere excelentes propriedades mecânicas, como compressão e flexão, além de maior facilidade de usinabilidade de peças complexas[5]. O objetivo do presente trabalho foi a obtenção e estudo da sinterização de carbeto de silício por sinterização reativa.

PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Misturas contendo diferentes proporções de SiC (Casil), tamanho médio de partícula (TMP) 22,86 μ m; negro de fumo (Cabot) tipo Black Pearls 570, TMP 8,07 μ m e silício metálico (NIOX), TMP 17,90 μ m foram homogeneizadas e moídas, utilizando resina fenólica e álcool anidro como meio dispersante, em moinho de bolas de polietileno utilizando meio de moagem de alumina. As proporções das misturas preparadas podem ser vistas na Tabela 1. Após a mistura, o material foi seco em estufa e peneirado em Peneira ABNT 60. Esse pó foi caracterizado quanto à distribuição de tamanho de partículas, num granulômetro CILAS®, modelo 1180 e difração de raios X, com difratômetro PHILLIPS, modelo X'Pert MPD. Foram prensados corpos de prova de dimensões 82x12x3,5 mm em prensa hidráulica uniaxial com 32 MPa de

pressão. As amostras foram então sinterizadas em forno INTI-Maitec de atmosfera controlada, com temperatura de 1500 °C com os seguintes tempos de permanência 1, 2 e 4 horas. A taxa de aquecimento utilizada foi de 10 °C/min e o processo foi realizado a vácuo.

Tabela 1. Proporções das misturas preparadas.

Mistura	Matérias-primas (%)		
	SiC	C	Si
1	80	10	10
2	75	15	10
3	70	20	10

Após a sinterização, os corpos de prova foram submetidos ao ensaio de flexão a quatro pontos, em máquina de ensaios universal ATS, modelo 1105C. Posteriormente, foram determinadas as seguintes propriedades: densidade aparente, porosidade aparente e absorção de água, pelo Princípio de Arquimedes. As amostras sinterizadas foram observadas através de microscópio eletrônico de varredura (MEV) JEOL, modelo JSM6060, para avaliação da microestrutura.

RESULTADOS E DISCUSSÃO

Análise granulométrica dos pós.

Após a preparação das três diferentes composições e seguidas de moagem, foram obtidas as distribuições granulométricas, conforme Tabela 2.

Tabela 2. Distribuição de tamanho de partículas das misturas

Composição	D ₉₀ (%)	Tamanho Médio de Partículas
		(μm)
1	13,84	5,95
2	9,91	4,17

3	7,53	3,26
---	------	------

Observa-se um comportamento decrescente do tamanho médio de partículas, conseqüência do aumento da proporção de negro de fumo, que é o constituinte de menor tamanho nas misturas, sendo estes valores condizentes aos citados na literatura[6].

Análise de Raios X das composições

Anterior à sinterização, além da distribuição granulométrica, as misturas foram caracterizadas por difração de raios X, sendo encontrados os seguintes compostos: SiC, C e Si, são mostrados na Figura 1. Já que dependendo do processo e do tempo de moagem, poderia haver a formação de pré-ligas, este ensaio foi utilizado para completar a caracterização das misturas.

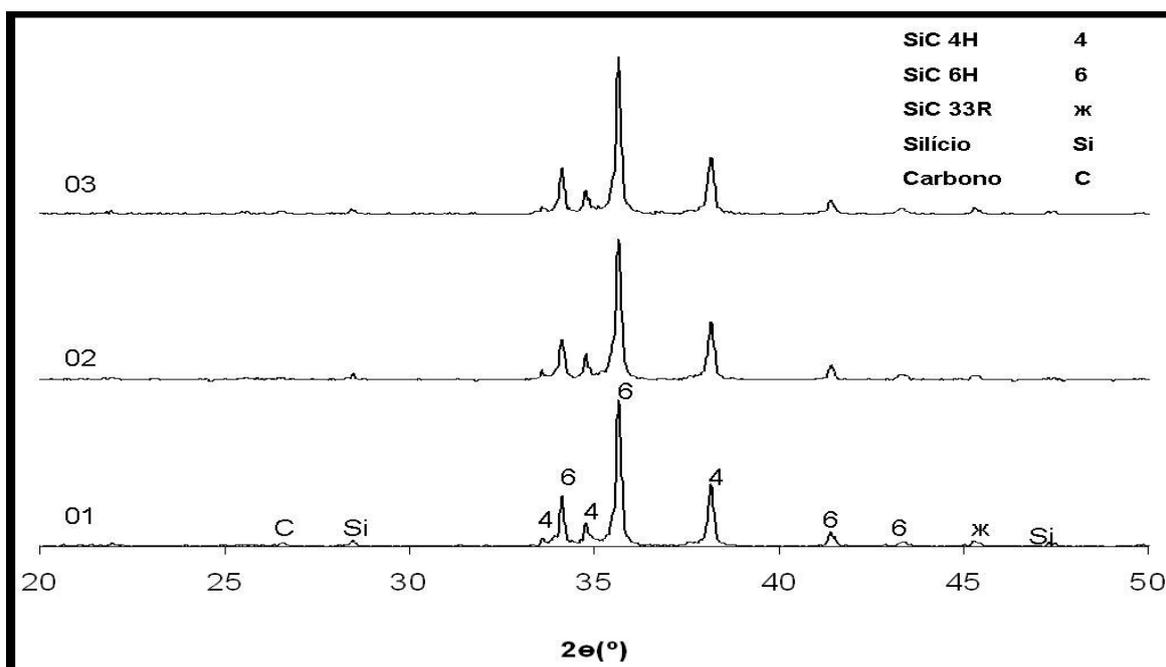
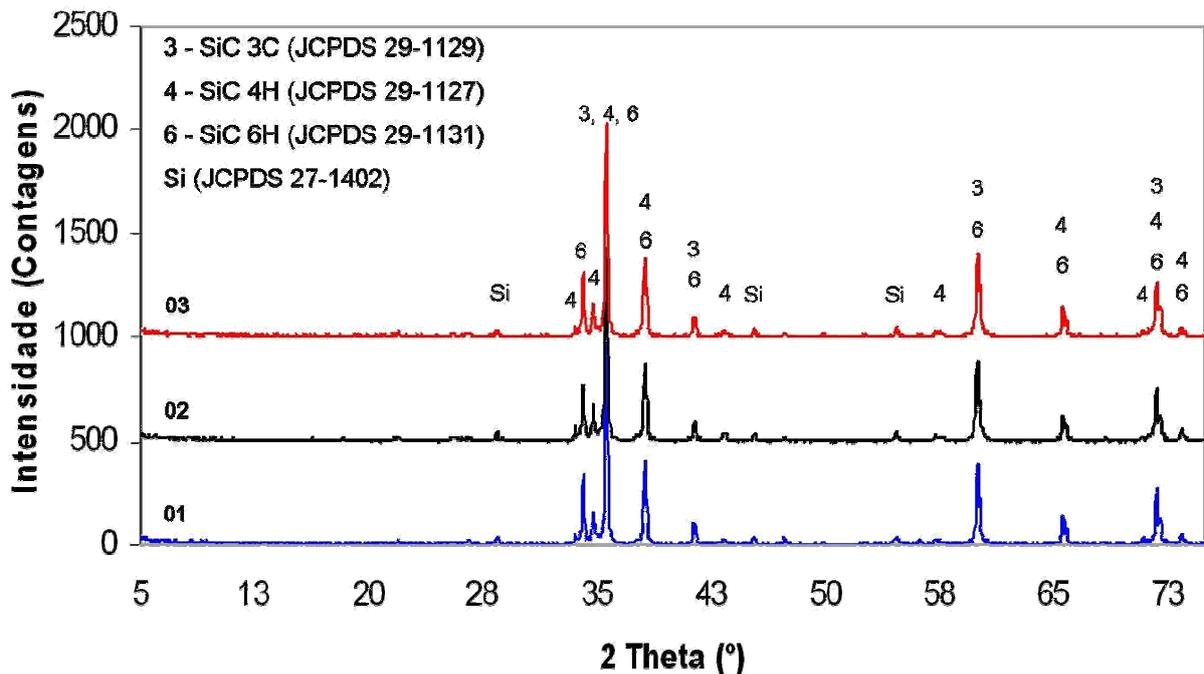


Figura 1. Determinação das fases cristalinas das composições 01, 02 e 03, antes da sinterização.

A figuras 2 apresenta os resultados de difração de raios X das composições após sinterização a 1500° C, por diferentes tempos de patamar.



O difratograma de raios X das amostras sinterizadas a 1500 °C, mostra que pode ter havido a formação de fase β -SiC, de polítipo 3C. Não fica clara a presença dessa fase, mas segundo SILVA (1998), FERNANDEZ *et al.* (2003) e LARPKIATTAWORN *et al.*, (2006), é esperado que ocorra a formação de fase β -SiC quando a sinterização for realizada em temperaturas inferiores a 2000 °C.

O problema em se afirmar a sua presença está no fato de seus picos (JCPDS 29-1129) coincidirem quase que completamente com os picos da fase α -SiC, de polítipo 6H. Segundo os autores LARPKIATTAWORN *et al.*, (2006), a presença ou não do polítipo 3C pode ser observada por um ligeiro alargamento dos picos característicos das duas fases na região de 35°, próximo a 60° e 73°.

Densidade Aparente (DA), Porosidade Aparente (PA) e Absorção de Água (AA).

Após a caracterização das misturas, foram obtidos os corpos de prova, através de prensagem, estes foram sinterizados e tiveram suas características físicas avaliadas para as diferentes condições de sinterização, conforme a Tabela 3. Os valores de PA e AA obtidos foram superiores aos esperados. Todas as misturas apresentaram valores elevados para essas duas medidas. Tal comportamento inesperado não apresenta similares em literatura e estudos posteriores devem ser feitos para encontrar a causa de tal comportamento, que pode estar ligado a um menor

empacotamento da composição em virtude da distribuição de tamanhos de partículas e/ou que a sinterização não ocorreu de forma plena.

Tabela 3. Avaliação após sinterização.

Propriedades / Formulações	DA Patamar (horas)			PA Patamar (horas)			AA Patamar (horas)		
	1	2	4	1	2	4	1	2	4
Composição 01	2,7	2,8	2,8	37,41	50,6	45,5	22,5	36,1	29,9
DP	0,302	0,279	0,254	6,938	2,036	2,627	6,083	1,728	5,427
Composição 02	2,6	2,9	2,6	50,61	52,4	42,8	29,7	37,5	28,1
DP	0,125	0,225	0,229	4,303	1,958	2,986	6,569	0,077	1,469
Composição 03	2,4	2,6	2,8	45,54	46,5	44,3	23,3	33,6	28
DP	0,114	0,285	0,146	5,773	4,461	1,407	5,948	3,173	0,156

DP: desvio padrão

Ensaio de Resistência Mecânica

Os corpos de prova foram avaliados quanto a sua resistência mecânica em ensaio de flexão a quatro pontos e os resultados obtidos podem ser vistos na

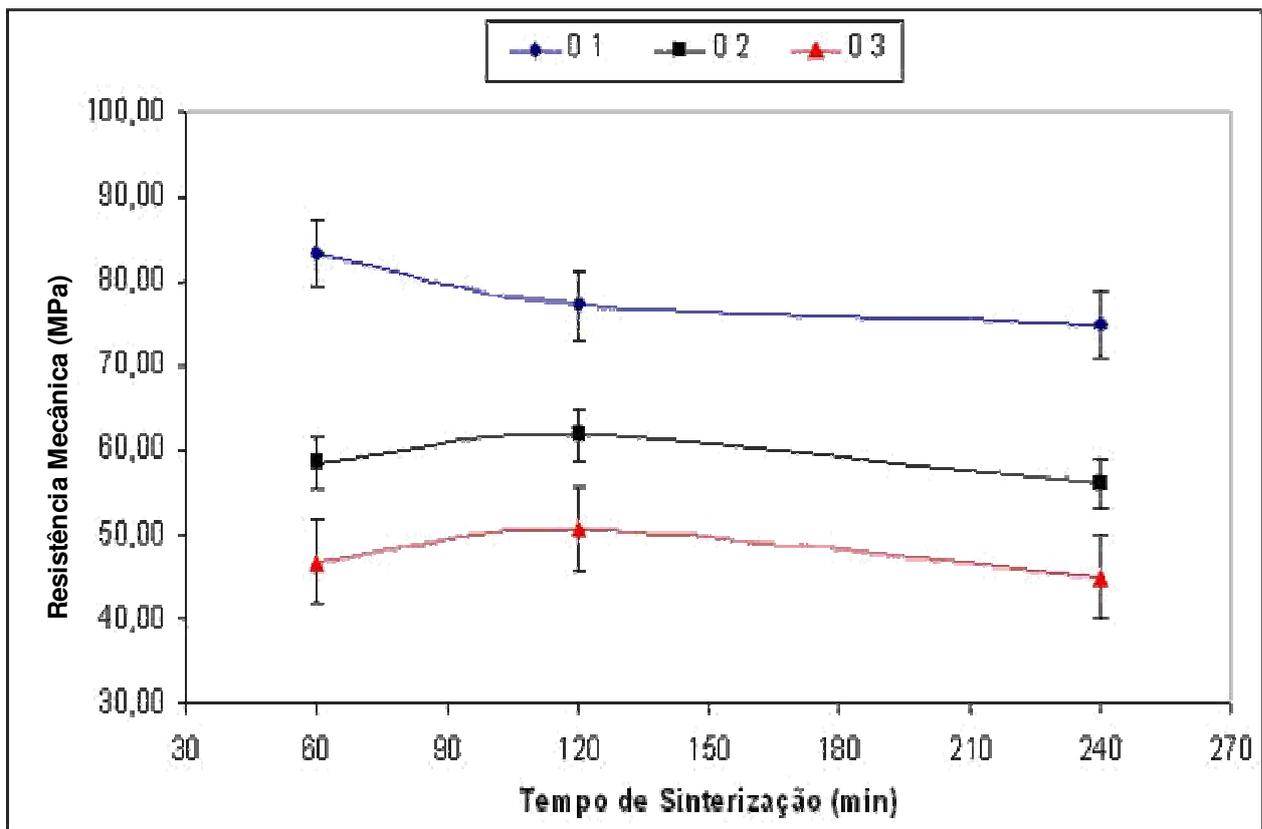


Figura 4. Resistência mecânica à flexão para corpos de prova sinterizados em diferentes tempos de patamar.

Os resultados deste ensaio apresentam divergências com a literatura, pois apresentaram todos os valores obtidos inferiores aos esperados, o que pode ser resultado de muitas variáveis. Acredita-se, porém, que o principal seja, o baixo nível de vácuo alcançado no processo de sinterização[7], que dificulta a penetração do silício metálico no interior da composição, reduzindo a reatividade com o carbono do negro de fumo para formação de SiC. Contudo, os resultados não são condizentes com os obtidos no item 3.3, para características físicas medidas, visto que os maiores valores de PA e AA foram encontrados para tempo de sinterização de 2 horas, onde obteve-se os maiores valores médios de resistência mecânica para as composições 2 e 3.

Considerando-se os valores de desvio padrão das medidas, cada composição apresenta valores de resistência mecânica na mesma faixa de valores independentemente do tempo de sinterização, sendo impossível dizer com

segurança estatística que um valor obtido é maior do que outro, o que mostra que os tempos de sinterização estudados não possuem efeito significativo na resistência mecânica das composições.

Análise por microscopia ótica (MO)

Após análise de propriedades físicas e mecânicas, os corpos de prova foram levados ao MO, para caracterização morfológica. A Figura 3 mostra os principais resultados para as misturas 1, 2 e 3. Pode-se observar que a micrografia da composição 1 apresentou elevado teor de silício metálico não reagido (fase mais clara). Comparando as três misturas, observa-se qualitativamente uma diminuição da quantidade silício não reagido da composição 1 para a composição 3, que é a composição com maior teor de carbono, o que indica que esses dois compostos reagiram para formação de SiC.



Figura 5. Micrografias dos corpos de prova: composição 1; composição 2 e composição 3, para tempo de sinterização de 4 horas.

CONCLUSÕES

Para todas as composições formuladas obteve-se carbetos de silício por sinterização reativa.

Observou-se que o tempo de sinterização, para os corpos de prova das diferentes composições, apresentou pouca influência nos valores de resistência mecânica das composições estudadas.

Os valores porosidade aparente e absorção de água não foram condizentes com a variação de resistência mecânica obtida.

Novos estudos e modificações no processamento das composições se fazem necessários visando à redução de porosidade e ao aumento da resistência mecânica das composições estudadas.

REFERÊNCIAS

- [1] V.A. Izhevskiy, L.A. Genova, J.C. Bressiani, A.H.A. Bressiani Review article: Silicon carbide. Structure, properties and processing *Cerâmica São Paulo*, v. 46, n. 297, 2000. Disponível em: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0366-69132000000100002&lng=en&nrm=iso. Acesso em: 28 de Junho de 2007. Pré-publicação.
- [2] G.S. Gupta, P. Vasanth Kumar, V.R. Rudolph, and M. Gupta Heat-Transfer Model for the Acheson Process *Metallurgical And Materials Transactions A* vol.32A, (JUNE 2001) p.1301.
- [3] J. Martinez Fernandez, A. Muñoz, A.R. de Arellano Lopez, F.M. Valera Feria, A. dominguez-Rodriguez, M. Singh Microstructure-mechanical properties correlation in siliconized silicon carbide ceramics *Acta Materialia* 51 (2003) 3259-3275.
- [4] H.W. Jun, H.W. Lee, H. Song, H.Shin, J. Kim, J. Ha Fabrication of near-net-shaped reaction-bonded silicon carbide tubes by thermoset molding and reaction infiltration of silicon melt *Journal of Ceramic Processing Research*, vol.3, nº1, (2002) 15-21.
- [5] G. Hou, Z. Jin, J. Qian Effect of starting Si contents on the properties and structure of biomorphic SiC ceramics *Journal of Materials Processing Technology* 182 (2007) 34–38.

[6] S. Larpiattaworn, P. Ngerchuklin, W. Khongwong, N. Pankurdee, S. Wada The influence of reaction parameters on the free Si and C contents in the synthesis of nano-sized SiC Ceramics International 32 (2006) 899–904.

[7] S.J.Schneider Jr. Engineered Materials Handbook vol.4 Editora: ASM International, 1991.

EVALUATION OF PHYSICAL AND MECHANICAL SILICON CARBIDE PROPERTIES A FUNCTION OF PROCESSING

ABSTRACT

Ceramic-based silicon carbide materials are used in aerospace, energy, electronics and nuclear applications. The silicon carbide (SiC) has excellent properties for applications that require structural strength at high temperature. However, these properties are highly influenced by its microstructure, a consequence of processing of raw materials, processes of shaping and sintering. This work will be analyzed three compositions containing silicon carbide, carbon and metallic silicon, which were homogenized in alcohol with ball mill, dried and sieved. Were pressed rectangular samples and sintering occurred at different times between 1 and 4 hours. The samples were characterized by scanning electron microscopy. **Foram realizados ensaios de resistência mecânica a flexão a quatro pontos**, determination of apparent porosity, density and water absorption. The condition that presented the highest strength was the sintering of 1h. There is the micrographs, which are samples with greater homogeneity on the other conditions of sintering.