

ESTUDO E DESENVOLVIMENTO DE SiAlONs PARA UTILIZAÇÃO COMO FERRAMENTA DE CORTE EM USINAGEM

J. V. C de SOUZA*, **S. J. CRNKOVIC**, **M. V. RIBEIRO**

FEG-UNESP, Av. Dr. Ariberto Pereira da Cunha, 333, cep 12516-410, Guaratinguetá-SP

*e-mail: candido@feg.unesp.br

C. A. KELLY**; **M. R. V. MOREIRA**, **E. A. RAYMUNDO**

DEMAR-FAENQUIL, Pólo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, s/n, cep 12600-000, Lorena-SP

**e-mail: claudio@ppgem.faenquil.br

M. A. LANNA***

CTA-IAE-AMR, Pça. Marechal do Ar Eduardo Gomes, 50, cep. 12228-904, S.J.Campos –SP

***e-mail: lanna@mec.ita.br

RESUMO

Esse trabalho foi proposto com objetivo de obter cerâmicas densas de alfa-SiAlONs com boas propriedades mecânicas visando a aplicações tribológicas, como na usinagem de diferentes materiais de engenharia. Portanto, para o desenvolvimento deste trabalho três misturas de pós foram preparadas variando as proporções entre alfa-Si₃N₄, AlN, Y₂O₃ e Al₂O₃, as quais foram homogêneas e prensadas uniaxialmente e isostaticamente a frio. Em seguida sinterizadas a 1900°C durante 1h sob atmosfera de nitrogênio. Após sinterização as amostras apresentaram densidade relativa superior a 97 % D.T.com perda de massa inferior a 3%, em todas composições analisadas. As análises de difração de raios X e microscopia eletrônica de varredura indicaram somente a presença da fase alfa-SiAlON (amostra contendo AlN e Y₂O₃ como aditivos, beta-Si₃N₄ e alfa-SiAlON (nas amostras contendo AlN e Al₂O₃ como aditivos) e alfa-SiAlON e Y₂Si₃N₄O₃ (melilita) (nas amostras contendo AlN, Al₂O₃ e Y₂O₃). Os valores de microdureza e tenacidade a fratura das amostras sinterizadas foram superiores à 16 GPa e 5 MPa.m^{1/2}, respectivamente.

Palavras-Chaves: alfa-SiAlONs, fase líquida, propriedades mecânicas, ferramenta de corte, microestrutura.

1. INTRODUÇÃO

Nos últimos anos com desenvolvimento científico e tecnológico, novos materiais surgiram da necessidade de se resolver problemas nos mais diversos ramos industriais, como aeronáutica, aeroespacial, automobilística, biomédica, entre outras. Uma das dificuldades normalmente encontrada por essas indústrias reside na usinabilidade de diferentes ligas utilizadas pelas mesmas, como as superligas, as ligas de titânio, os ferros fundidos entre outros materiais.

Devido a essa dificuldade, intensa pesquisa vem sendo realizada na tentativa de se aperfeiçoar ou mesmo encontrar novos materiais para usinagem dos materiais de engenharia. Dentre os materiais pesquisados como ferramenta de corte, estão as cerâmicas covalentes, em especial o nitreto de silício (Si_3N_4) devido principalmente às suas excelentes propriedades físicas e termomecânicas. Tais propriedades inerentes ao Si_3N_4 resultam de seu forte caráter covalente, conferindo-lhe baixo coeficiente de autodifusão e dificultando desta maneira a obtenção de cerâmicas densas de Si_3N_4 [Dressler & Riedel, 1997].

Nas últimas décadas cerâmicas densas de Si_3N_4 tem sido obtidas por sinterização via fase líquida, utilizando pequenas quantidades de aditivos de sinterização, que facilitam os fenômenos difusionais, reduzindo a porosidade do material e conseqüentemente, melhorando a densificação e as propriedades mecânicas do mesmo. Os principais aditivos utilizados na sinterização das cerâmicas de Si_3N_4 são: AlN , Y_2O_3 , Al_2O_3 , SiO_2 , Ce_2O_3 (óxido misto de ítrio e terras raras) ou misturas destes [Dressler & Riedel, 1997, Huang et al, 1983 – Santos et al, 2004].

No entanto, quando da utilização de uma fase líquida rica nos íons Al, Y e O durante a sinterização do Si_3N_4 , têm-se a formação de solução sólida denominada SiAlONs, os quais melhoram a resistência a oxidação, dureza e fluência das cerâmicas de Si_3N_4 em altas temperaturas. Os SiAlONs apresentam duas fases cristalinas, alfa e beta, resultantes das fases alfa e beta- Si_3N_4 , pela substituição do Si e N por Al e O, e ocupação dos vazios intersticiais por Y [Huang et al, 1983 – Santos et al, 2004]. A fase beta-SiAlON caracteriza-se por grãos alongados e apresenta tenacidade a fratura superior a fase alfa-SiAlON, a qual é mais dura e formada por grãos equiaxiais [Huang et al, 1983].

O objetivo deste trabalho foi obter cerâmicas densas de SiAlONs por sinterização via fase líquida, com boas propriedades físicas e mecânicas, visando futuramente à aplicações tribológicas, como usinagem de materiais de engenharia.

2. PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

2.1. Materiais

As matérias primas utilizadas foram: alfa- Si_3N_4 de alta pureza (H.C.Starck), AlN e Y_2O_3 (Fine grade – H. C. Starck), Al_2O_3 (AS 250K – BaikaloX) e nitrogênio tipo B50, da Air liquid Bbrasil S/A.

2.2. Métodos

Para o desenvolvimento deste trabalho foram preparadas três misturas de pós cujas composições e densidade relativa a verde dos compactos, estão listadas na Tabela 1. Na amostra (SNAY) aditivada por AlN e Y_2O_3 a razão molar foi de 9:1 [Huang et al, 1983]. Como método de comparação, a outra amostra (SNAA) foi aditivada por AlN e Al_2O_3 (9:1).

Tabela 1 - Composições e densidades relativas a verde das misturas de pós analisadas.

Código das amostras	Composição (% em peso)				Densidade relativa a verde (% D.T.)
	alfa- Si_3N_4	AlN	Y_2O_3	Al_2O_3	
SNYA	78,15	13,25	8,60	-	59,86 ± 0,20
SNAA	83,10	7,40	-	9,50	58,62 ± 0,27
SNAYA	78,80	12,50	5,90	2,80	61,02 ± 0,20

As misturas de pós foram homogeneizadas via úmido, em moinho planetário por 2h, a 1000 rpm, em meio álcool etílico. Em seguida as suspensões de pó foram secas em filtro a vácuo e em estufa a 100°C. Posteriormente, os pós foram peneirados e compactados uniaxialmente (100 MPa) em matriz de

aço inoxidável com dupla ação dos pistões, seguida de prensagem isostática a frio a 300 MPa. Após compactação as amostras em forma de pastilhas apresentavam dimensões de 16,36x16,36x7,5mm.

Anterior a sinterização, as amostras foram envolvidas em leito de pó constituído de 70% Si₃N₄ + 30 % BN e acondicionadas em cadinho de grafite. As sinterizações foram realizadas à 1900°C durante 1h sob atmosfera de nitrogênio num forno com elemento resistivo de grafite (ASTRO da Thermal Technology, tipo 1000-4560-FP-20). Para tanto, uma taxa de aquecimento de 15°C/min foi utilizada.

As massas específicas das amostras sinterizadas foram determinadas pelo método de Arquimedes. Para caracterização microestrutural e mecânica, as amostras foram lixadas e polidas com pasta de diamante até granulometria de 1µm. O polimento das amostras foi realizado em politriz automática tipo IGAN WURTZ, mod. PHOENIX 4000. As observações microestruturais foram realizadas após ataque químico das superfícies, utilizando KOH:NaOH (na proporção 1:1) em temperatura de 500°C, por 10 minutos. As análises de fases foram realizadas por difração de raios X utilizando radiação CuKα, varredura lenta e passo de 0.02°/s.

Os ensaios de microdureza foram realizados em microdurometro tipo MICROMET 2004 da BUEHLER, utilizando carga de 20 N e tempo de indentação de 30 segundos, a partir do qual determinou-se a tenacidade a fratura do material, utilizando a equação (1) [Silva, 1992].

$$K_{IC} = 0.16(E/H)^{1/2} \cdot F \cdot b^{-3/2} \quad (1)$$

Em que: K_{IC} = tenacidade a fratura [MPa.m^{1/2}]; E = módulo de elasticidade do material [GPa]; Hv = microdureza Vickers [GPa]; b = tamanho da trinca [µm] e F = carga ao corpo de prova [N].

Após caracterização e antes da utilização das amostras como ferramenta de corte, as mesmas foram retificadas em rebolo de diamante nas dimensões de 13x13x4,8 mm, com chanfro negativo de 20° e espessura do chanfro igual a 0,08 mm, conforme norma ISO 1832.

3. RESULTADOS E DISCUSSÃO

3.1. Densidade relativa e perda de massa

Os resultados de densidade relativa e perda de massa das amostras sinterizadas são mostrados na Tabela 2. Analisando os resultados contidos nesta tabela nota-se que ambas amostras apresentaram densidade relativa próximo de 98 % D.T. e uma perda de massa inferior a 3%.

No entanto, as amostras SNYA e SNAYA apresentaram densidade relativa um pouco superior as SNAA, fato justificado pela maior densidade relativa a verde. Outro fato, que provavelmente pode também explicar tal resultado é a formação de um líquido com menor viscosidade se comparado ao sistema SNAA, o qual pode melhorar os mecanismos de sinterização via fase líquida, principalmente rearranjo de partículas e solução-reprecipitação.

Tabela 2 – Densidade relativa e perda de massa das amostras sinterizadas à diferentes temperaturas

Código das amostras	Perda de massa (%)	Densidade relativa após sinterização (% D.T.)
SNYA	2,13	98,14
SNAA	2,64	97,81
SNAYA	2,97	98,34

3.2. Difração de raios-X

Os resultados de difração de raios X das amostras sinterizadas e a relação das fases alfa-SiAlON e beta-Si₃N₄ são mostrados na Tabela 3. Observando os resultados apresentados nesta tabela nota-se a presença da fase alfa-SiAlON nas amostras SNYA, alfa-SiAlON e beta-SiAlON nas amostras SNAA, e alfa-SiAlON e melilita nas amostras SNAYA, respectivamente. Somente a presença da fase alfa-SiAlON (SNYA e SNAYA) indica uma completa transformação de alfa-Si₃N₄ à alfa-SiAlON, enquanto que a predominância da fase beta-SiAlON (SNAA) é indicio de uma total transformação de beta-Si₃N₄ à beta-SiAlON.

Tabela 3 – Resultados de raios X das amostras sinterizadas.

Código das Amostras	Fases Presentes	Relação de Fases á : â
SNYA	Alfa-SiAlON	100:00
SNAA	Alfa-SiAlON, beta-SiAlON	77:23
SNAYA	Alfa-SiAlON, Y ₂ Si ₃ N ₄ O ₃ (melilita)	100:00

3.3. Microscopia Eletrônica de Varredura

As fotomicrografias das amostras sinterizadas são apresentados na Figura 1. Observando essa figura nota-se a presença de uma morfologia de grãos alongados para todos os sistemas, característicos das fases alfa e beta-SiAlON. Ainda analisando a Figura 2, nota-se uma microestrutura fina e homogênea para os sistemas avaliados.

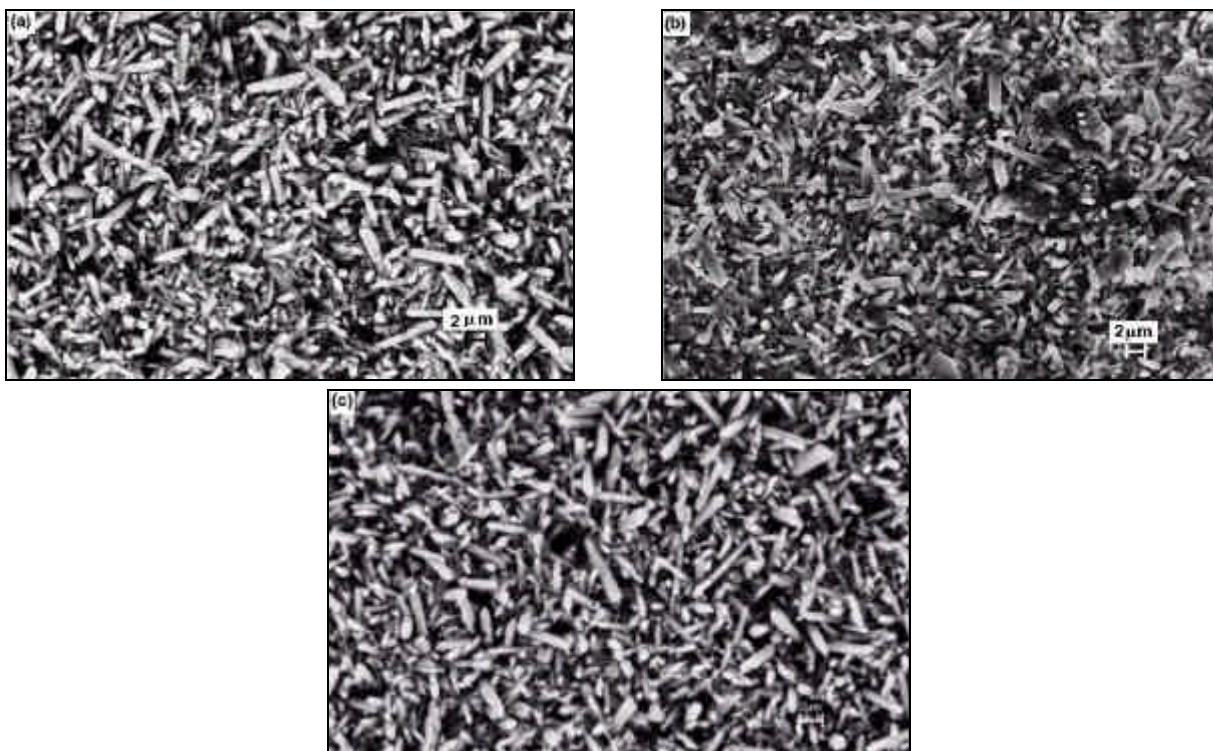


Figura 1 – Microestrutura das amostras sinterizadas: (a) SNYA, (b) SNAA e (c) SNAYA.

3.4. Dureza e Tenacidade a fratura

Os resultados de microdureza Vickers e tenacidade a fratura das amostras sinterizadas são listados na Tabela 4. Analisando os resultados de propriedades mecânicas contidos nesta tabela, observa-se uma maior dureza para as amostras SNYA e SNAYA, devido a presença e predominância da alfa-SiAlON, que é mais dura que a fase beta-SiAlON. Enquanto que a fase beta-SiAlON é mais tenaz, justificando seus resultados de tenacidade a fratura, quando comparados a amostra SNYA.

Tabela 4 – Microdureza Vickers e tenacidade a fratura das amostras sinterizadas.

Código da amostra	Propriedades Mecânicas	
	Microdureza Vickers (GPa)	Tenacidade a fratura (MPa.m ^{1/2})
SNYA	18,50 ± 0,16	5,80 ± 0,18
SNAA	16,40 ± 0,12	6,50 ± 0,22
SNAYA	20,28 ± 0,31	5,76 ± 0,22

4. CONCLUSÃO

Os resultados alcançados neste trabalho foram satisfatórios, vindo de encontro com o objetivo principal do mesmo que era obter uma cerâmica a base de SiAlONs, com alta densificação e boas propriedades mecânicas, características normalmente exigidas durante processo tribológico, como na usinagem de diferentes materiais de engenharia aplicados as indústrias automobilísticas, aeroespacial, biomédica entre outras.

AGRADECIMENTOS

Os autores gostariam de agradecer às Instituições que deram suporte técnico e financeiro a esse trabalho: FAPESP, CAPES, FAENQUIL, CTA-IAE/AMR, UNESP-FEG.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Dressler, W., Riedel, R., Progress in silicon-based non-oxide structural ceramics. **International of Refractory Metals & Hard Materials**, v. 15, p. 13 – 47, 1997
- Z.-K. Huang, P. Greil, G. Petzow, Formation of α -Si₃N₄ solid solutions in the system Si₃N₄-AlN-Y₂O₃, **Communications Am. Ceramic Society**, (1983) c96– c97.
- Rosenflanz, A. , Chen, I. W., Kinetics of phase transformations in SiAlON ceramics: II. Reaction Paths, **Journal of the European Ceramic Society**, v. 19, p. 2337 – 2348, 1999.
- Chen, W.-W. et al, Effect of processing on the morphology of alpha-sialon grains. **Materials Letters**, v. 46, p. 343 – 348, 2000.
- Kurama, S. ,M. Hermann, H. Mandal, The effect of processing conditions, amount of additives and composition on the microstructure and mechanical properties of alpha-SiAlON ceramics. **Journal of the European Ceramic Society**, v. 22, p. 109 – 119, 2002.
- Santos, C., Souza, J. V. C., Strecker, K., Ribeiro, S., Silva, O. M. M., Silva, C. R. M., Alpha-SiAlON ceramics with elongated grain morphology using a active sintering additive. **Materials Letters**, v. 58, p. 1792 – 1796, 2004.
- Silva, R. R. F. Cinética de sinterização e desgaste de pastilhas de corte do sistema Si₃N₄-CeO₂-AlN. 1992. xxx f., Tese (Doutorado em Engenharia e Ciência dos Materiais) - Universidade de Aveiro,

Aveiro, 1992.

SiAlONs STUDY AND DEVELOPMENT FOR APPLICATION AS CUTTING TOOL IN MACHINING

J. V. C de SOUZA*, **S. J. CRNKOVIC**, **M. V. RIBEIRO**

FEG-UNESP, Av. Dr. Ariberto Pereira da Cunha, 333, cep 12516-410, Guaratinguetá-SP

*e-mail: candido@feg.unesp.br

C. A. KELLY**; **M. R. V. MOREIRA**, **E. A. RAYMUNDO**

DEMAR-FAENQUIL, Pólo Urbo-Industrial, Gleba AI-6, s/n, cep 12600-000, Lorena-SP

**e-mail: claudio@ppgem.fauenquil.br

M. A. LANNA***

CTA-IAE-AMR, Pça. Marechal do Ar Eduardo Gomes, 50, cep. 12228-904, S. J. Campos –SP

***e-mail: lanna@mec.ita.br

ABSTRACT

This work was proposed with objective of to obtain alpha-SiAlONs denses ceramics with good mechanical properties aiming at to tribological applications, as the different engineering materials machining. Therefore, for development of this work three powder mixtures were prepared altering the proportion among alpha-Si₃N₄, AlN, Y₂O₃ and Al₂O₃, which were homogenized, uniaxially and cold isostatically pressed. Then, sintered at 1900°C for 1 hour in nitrogen atmosphere. After sintering, samples showed relative density higher to 97 % of theoretical with weight loss lower to 3 %, in all analysed compositions. X-ray analysis and scanning electron microscopy (SEM) showed only the presence of the alpha-SiAlON phase (sample content AlN and Y₂O₃ as additives), beta-Si₃N₄ and alpha-SiAlON phases (sample content AlN and Al₂O₃ as additives) and alpha-SiAlON and Y₂Si₃N₄O₃ (melilite) (sample content AlN, Al₂O₃ e Y₂O₃). Hardness and fracture toughness of the sintered samples were higher at 16 GPa and 5 MPa.m^{1/2}, respectively.

Key words: *a-SiAlONs, liquid phase, mechanical properties, cutting tools, microstructure.*